



Hak Cipta Dilindungi Undang-Undang

1. Dilarang mengutip sebagian atau seluruh karya tulis ini tanpa mencantumkan dan menyebutkan sumber:
  - a. Pengutipan hanya untuk kepentingan pendidikan, penelitian, penulisan karya ilmiah, penyusunan laporan, penulisan kritik atau tinjauan suatu masalah.
  - b. Pengutipan tidak merugikan kepentingan yang wajar Unand.
2. Dilarang mengumumkan dan memperbanyak sebagian atau seluruh karya tulis ini dalam bentuk apapun tanpa izin Unand.

# **PENGGUNAAN ADITIF ASETOL HIDRAZON PADA SINTESIS Fe-Ti OKSIDA**

**SKRIPSI**



**MELISA FEBRINA PUTRI  
06132031**

**FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM  
UNIVERSITAS ANDALAS  
PADANG  
2011**

**PENGGUNAAN ADITIF ASETOL HIDRAZON PADA  
SINTESIS Fe-Ti OKSIDA**

**Oleh:**

**Melisa Febrina Putri**

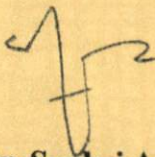
**Skripsi diajukan untuk memperoleh gelar Sarjana Sains  
Pada Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam  
Universitas Andalas**

**JURUSAN KIMIA  
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM  
UNIVERSITAS ANDALAS  
PADANG  
2011**

**Penggunaan Aditif Asetol Hidrazon pada Sintesis Fe-Ti Oksida.** Skripsi ini oleh Melisa Febrina Putri (06 132 031) sebagai salah satu syarat untuk memperoleh gelar Sarjana Sains (Strata 1) pada Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Andalas.

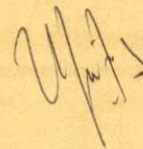
Disetujui oleh:

**Pembimbing I**



**Prof. Dr. Syukri Arief**  
NIP.196609181991031005

**Pembimbing II**



**Dr. Upita Septiani, M.Si**  
NIP. 197009171999032001

**Mengetahui**  
**Ketua Jurusan Kimia**  
**FMIPA Universitas Andalas**

**Dr. Adlis Santoni**  
NIP. 196212031988111002

## KATA PENGANTAR



Syukur Alhamdulillah penulis ucapkan kehadiran Allah SWT, karena berkat rahmat dan hidayah-Nya penulis dapat menyelesaikan penulisan skripsi ini yang merupakan salah satu syarat untuk menempuh Ujian Sarjana Kimia pada Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Andalas Padang.

Skripsi ini berjudul “PENGUNAAN ADITIF ASETOL HIDRAZON PADA SINTESIS Fe-Ti OKSIDA”, disusun berdasarkan hasil penelitian yang dilakukan di Laboratorium Kimia Material Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Andalas Padang. Serta didukung oleh berbagai sumber literatur.

Pada kesempatan ini, penulis ingin menyampaikan terima kasih yang sebesar-besarnya kepada :

1. Kedua orang tua dan keluarga penulis yang memberikan motivasi, dukungan moril dan materil.
2. Bapak Prof. Dr. Syukri Arief sebagai Dosen Pembimbing I dan Ibu Dr. Upita Septiani, M.Si sebagai Dosen Pembimbing II yang memberikan ide, pengarahan dan juga nasihat selama studi, penelitian dan penulisan skripsi ini.
3. Bapak Emdeniz, MS sebagai Pembimbing Akademik
4. Bapak Dr. Adlis Santoni selaku Ketua Jurusan Kimia
5. Bapak Dr. Mai Efdi, M.Si selaku Koordinator Pendidikan Jurusan Kimia Universitas Andalas
6. Bapak Prof. Dr. Syukri Arief selaku Kepala Laboratorium Kimia Material.
7. Ibu Fatmi selaku Analis Laboratorium Kimia Material
8. Bapak Prof. Dr. Syukri Arief, Bapak Dr. Zuhadjri dan Bapak Adel Fisli dari BATAN Serpong yang telah membantu penulis dalam mengkarakterisasi hasil penelitian.

9. Teman-teman rekan kerja penelitian di Laboratorium Kimia Mateial yang membantu penulis selama bekerja di laboratorium serta semua pihak yang tidak dapat disebutkan satu persatu yang telah memberikan bantuan dalam melakukan penelitian dan pembuatan skripsi ini.

Semoga amal baik yang telah diberikan mendapat balasan yang setimpal dari Allah SWT.

Penulis menyadari bahwa skripsi ini masih jauh dari kesempurnaan. Oleh karena itu dengan kerendahan hati penulis mengharapkan kritik dan saran demi perbaikan dimasa yang akan datang. Akhirnya penulis berharap semoga skripsi ini dapat bermanfaat bagi perkembangan ilmu pengetahuan.

Padang, Januari 2011

Penulis

## ABSTRAK

### PENGGUNAAN ADITIF ASETOL HIDRAZON PADA SINTESIS Fe-Ti OKSIDA

Oleh:

Melisa Febrina Putri

**Sarjana Sain (S.Si) dalam bidang Kimia FMIPA Universitas Andalas  
Dibimbing oleh Prof. Dr. Syukri Arief dan Dr. Upita Septiani**

Titania telah digunakan secara luas sebagai fotokatalis, seperti degradasi polutan organik, pemurnian udara, dan produk antibakteri. Untuk meningkatkan aktivitas fotokatalitiknya, dilakukan doping  $\text{TiO}_2$  dengan Fe menghasilkan Fe-Ti oksida. Sintesis Fe-Ti oksida telah dilakukan dengan metode sol gel dengan penambahan aditif asetol hidrazon. Penambahan aditif ini berfungsi sebagai penstabil pada sintesis Fe-Ti oksida. Hasil analisis *X-Ray Diffraction* (XRD) menunjukkan bahwa Fe-Ti oksida yang didapat pada suhu kalsinasi 700 dan 900°C adalah pseudobrookite ( $\text{Fe}_2\text{TiO}_5$ ) sesuai standar JCPDS No. 41-1432 dan  $\text{TiO}_2$  rutil sesuai standar JCPDS No. 21-1276. Dengan menggunakan persamaan Scherrer, ukuran kristal yang dihasilkan dengan penambahan aditif adalah 33 nm, sedangkan tanpa penambahan aditif adalah 30 nm. Analisis *Scanning Electron Microscopy* (SEM) memperlihatkan morfologi partikel pseudobrookite dengan penambahan aditif penyebaran partikel lebih merata dan tidak terjadi aglomerasi. Analisis sifat magnet dilakukan dengan *Vibrating Sample Magnetometer* (VSM) menunjukkan bahwa partikel bersifat diamagnetik.

## DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL	
HALAMAN PENGESAHAN .....	i
KATA PENGANTAR .....	ii
ABSTRAK .....	iv
ABSTRACT .....	v
DAFTAR ISI .....	vi
DAFTAR TABEL .....	viii
DAFTAR GAMBAR .....	ix
DAFTAR LAMPIRAN .....	x
<b>BAB I. PENDAHULUAN</b>	
1.1. Latar Belakang .....	1
1.2. Perumusan Masalah .....	2
1.3. Tujuan Penelitian .....	2
1.4. Manfaat Penelitian .....	2
<b>BAB II. TINJAUAN PUSTAKA</b>	
2.1. Besi (III) Titanat .....	3
2.2. Hidrazin .....	3
2.3. Asetol .....	4
2.4. Metoda Sol-Gel .....	4
2.4.1. Prekursor pada Proses Sol-Gel .....	4
2.4.2. Reaksi pada Proses Sol-Gel .....	5
2.4.3. Gambaran Umum Proses Sol-Gel .....	5
2.4.4. Faktor-Faktor yang Mempengaruhi Proses Sol-Gel.....	7
2.4.5. Kelebihan dan Kekurangan Proses Sol-Gel .....	8
2.5. <i>X-Ray Diffraction</i> (XRD).....	8
2.6. <i>Scanning Electron Microscopy</i> (SEM) .....	9
2.7. <i>Vibrating Sample Magnetometer</i> (VSM).....	10

**BAB III. METODOLOGI PENELITIAN**

3.1 Waktu dan Tempat .....11  
3.2 Alat dan Bahan .....11  
3.3 Prosedur Percobaan .....11

**BAB IV. HASIL DAN PEMBAHASAN**

4.1 Pembuatan Fe-Ti Oksida .....13  
    4.1.1 Pembuatan Larutan Homogen .....13  
    4.1.2 Pengeringan dan Kalsinasi .....13  
4.2 Karakterisasi .....14  
    4.2.1 Analisis X-Ray Diffraction (XRD) .....14  
    4.2.2 Analisis Scanning Electron Microscopy (SEM) .....19  
    4.2.3 Analisis VSM .....21

**BAB V. KESIMPULAN DAN SARAN**

5.1 Kesimpulan .....24  
5.2 Saran .....24  
DAFTAR PUSTAKA .....25  
LAMPIRAN .....27

## DAFTAR TABEL

Tabel 1. Sifat-Sifat Hidrazin .....	3
Tabel 2. Ukuran Kristal Fe-Ti Oksida Berdasarkan Rumus Scherrer.....	18

## DAFTAR GAMBAR

Gambar 1. Gambaran Umum Proses Sol-Gel .....	6
Gambar 2. Pola XRD Fe-Ti Oksida .....	14
Gambar 3. Pola XRD Kristal Fe-Ti Oksida dengan dan tanpa Aditif pada Suhu Kalsinasi 700 °C .....	15
Gambar 4. Pola XRD Kristal Fe-Ti Oksida dengan Penambahan Aditif pada Suhu Kalsinasi 700 °C .....	16
Gambar 5. Pola XRD Kristal Fe-Ti Oksida tanpa Penambahan Aditif pada Suhu Kalsinasi 700 °C .....	17
Gambar 6. Pola XRD Kristal Fe-Ti Oksida dengan Penambahan Aditif pada Suhu Kalsinasi 900 °C .....	18
Gambar 7. Analisis SEM Fe-Ti Oksida tanpa Penambahan Aditif.....	19
Gambar 8. Analisis SEM Fe-Ti Oksida dengan Penambahan Aditif .....	20
Gambar 9. Analisis SEM Fe-Ti Oksida dengan dan tanpa Penambahan Aditif.....	20
Gambar 10. Kurva Histeresis Pseudobrookite tanpa Penambahan Aditif .....	22
Gambar 11. Kurva Histeresis Pseudobrookite dengan Penambahan Aditif .....	22

# BAB I

## PENDAHULUAN

### 1.1 Latar Belakang

Komposit oksida logam telah dipelajari secara luas sebagai katalis karena sifatnya yang unik jika dibandingkan dengan oksida murninya. Sifat kimia dari sisi aktifnya dapat dimodifikasi dengan mencampurkan oksida dalam bentuk solid solution atau dengan supporting katalis oksida pada oksida lainnya<sup>[1]</sup>.

Titania ( $\text{TiO}_2$ ) merupakan material keramik yang sangat berguna.  $\text{TiO}_2$  ditemukan dalam tiga struktur kristal, yaitu anatase, brookite, dan rutil, dimana anatase dan rutil merupakan yang paling sering digunakan. Rutil merupakan material yang sangat penting dalam pembuatan pigmen. Anatase sering digunakan dalam pemurnian air limbah, material katalis, material sensor gas, dan membran anorganik<sup>[2]</sup>.

Titania telah diselidiki secara luas sifat katalitik dan elektrokimianya berdasarkan aplikasinya yang luas sebagai fotokatalis dan sensor gas. Banyak penelitian yang telah dilakukan berfokus pada  $\text{TiO}_2$  berukuran nano dengan tujuan untuk meningkatkan absorpsi cahayanya. Sifat nanopartikel yang mempunyai luas permukaan yang tinggi sangat berguna untuk meningkatkan sifat tersebut<sup>[3]</sup>.

Salah satu kelemahan  $\text{TiO}_2$  adalah luas permukaannya relatif rendah dan stabilitas struktur anatase aktifnya rendah pada peningkatan suhu. Doping titania dengan unsur lain, terutama unsur-unsur transisi lain dapat meningkatkan sifat-sifat tersebut<sup>[1]</sup>. Ketika oksida dari Ti dikombinasikan dengan Fe menghasilkan Fe-Ti oksida. Aplikasi nanopartikel Fe-Ti oksida yang sangat menarik adalah sifatnya sebagai fotokatalis yang sensitif terhadap sinar tampak<sup>[4]</sup>.

Besi-titanat,  $\text{Fe}_x\text{Ti}_y\text{O}_z$  telah lama dikenal dalam geologi dan geofisika. Umumnya, besi-titanat terdapat dalam 4 mineral, yaitu ilmenite ( $\text{FeTiO}_3$ ), pseudo-brookite ( $\text{Fe}_2\text{TiO}_5$ ), pseudorutil ( $\text{Fe}_2\text{Ti}_3\text{O}_9$ ) and ulvöspinel ( $\text{Fe}_2\text{TiO}_4$ ). Ilmenit merupakan material pelindung radiasi yang terkenal dan secara ekstensif digunakan untuk pelindung bangunan dan fasilitas lain dari kebocoran radiasi berbahaya dalam lingkungan reaktor nuklir<sup>[5]</sup>. Pseudobrookite merupakan Fe-Ti

oksida yang umum dipelajari. Senyawa ini biasanya digunakan sebagai fotokatalis dan fotoelektroda untuk elektrolisis air<sup>[6]</sup>.

Pada penelitian ini disintesis nanopartikel Fe-Ti oksida dengan menggunakan metode sol-gel dengan Titanium Isopropoksida (TIP) dan besi nitrat nonahidrat sebagai prekursor. Selain prekursor tersebut, juga digunakan aseton dan hidrazin sebagai aditif. Aditif ini berfungsi sebagai penstabil dan membantu kelarutan TIP. Reaksi antara TIP dengan aditif aseton hidrazon menghasilkan suatu campuran yang homogen. Aseton hidrazon tidak hanya membantu kelarutan TIP, tetapi juga dapat melindungi hidrolisis karena sifat *chelating*-nya<sup>[7]</sup>. Penstabilan TIP oleh aseton hidrazon diduga terjadi melalui mekanisme pembentukan kompleks antara ion pusat Ti (IV) pada TIP dengan atom donor pasangan elektron pada aseton hidrazon<sup>[8]</sup>.

## 1.2 Perumusan Masalah

Berdasarkan latar belakang diatas maka dapat dirumuskan suatu permasalahan sebagai berikut:

1. Bagaimanakah pengaruh penambahan aditif aseton hidrazon pada sintesis nanopartikel Fe-Ti oksida?
2. Bagaimanakah morfologi Fe-Ti oksida yang disintesis dengan penambahan aditif aseton hidrazon?

## 1.3 Tujuan Penelitian

Berdasarkan perumusan masalah di atas maka penelitian ini bertujuan untuk:

1. Mempelajari pengaruh aditif aseton hidrazon dalam sintesis nanopartikel Fe-Ti oksida.
2. Mempelajari morfologi Fe-Ti oksida yang disintesis dengan penambahan aditif aseton hidrazon.

## 1.4 Manfaat Penelitian

Penelitian ini diharapkan dapat dijadikan landasan teori untuk mengembangkan berbagai penelitian mengenai pengaruh zat aditif pada sintesis nanopartikel.

## BAB II

### TINJAUAN PUSTAKA

#### 2.1. Besi (III) Titanate

Besi-titanat telah lama dikenal dalam geologi dan geofisika. Umumnya, besi-titanateterdapat dalam 4 mineral, yaitu ilmenite ( $\text{FeTiO}_3$ ), pseudo-brookite ( $\text{Fe}_2\text{TiO}_5$ ), pseudorutile ( $\text{Fe}_2\text{Ti}_3\text{O}_9$ ) dan ulvöspinel ( $\text{Fe}_2\text{TiO}_4$ ). Ilmenit merupakan material pelindung radiasi yang terkenal dan secara ekstensif digunakan untuk pelindung bangunan dan fasilitas lain dari kebocoran radiasi berbahaya dalam lingkungan reaktor nuklir<sup>[5]</sup>.

#### 2.2. Hidrazin

Hidrazin merupakan basa dan pereduksi yang sangat reaktif. Senyawa dengan rumus molekul  $\text{N}_2\text{H}_4$  ini juga sering disebut sebagai diamine, diamide, nitrogen hydride, atau levoxine. Hidrazin merupakan cairan tidak berwarna, mudah terbakar dan meledak, dan sangat larut dalam air. Sifat-sifat fisika hidrazin, antara lain:

Table 1. Sifat-Sifat Hidrazin

Sifat	Nilai	Temperatur (°C)	Referensi
Titik leleh (°C)	2	-	O'Neil 2001
Titik didih (°C)	113,5	-	O'Neil 2001
Densiti ( $\text{kg/m}^3$ )	1003,6	25	O'Neil 2001
Tekanan uap (Pa)	1920 (14,4 mm Hg)	25	Rothgery 2004
Konstanta Henry ( $\text{Pa}\cdot\text{m}^3/\text{mol}$ )	$6,15\times 10^{-2}$ ( $6,07\times 10^{-7} \text{ atm}\cdot\text{m}^3/\text{mol}$ )	25	PhysProp 2008
Log Kow	-2,07	-	Hansch et al. 1995
Log Koc	1,16	-	EPISuite 2007
Kelarutan dalam air (mg/L)	$1 \times 10^6$	-	Amoore dan Hautala 1983

Kegunaan utamanya adalah sebagai bahan bakar roket energi tinggi, sebagai reaktan dalam fuel cell militer, penyepuhan nikel, polimerisasi uretan, untuk menghilangkan halogen dari air limbah, pengikat oksigen dalam boiler feed water

untuk mencegah korosi, dan dalam perkembangan fotografi. Menurut sejarah, hidrazin digunakan sebagai agen terapi dalam pengobatan tuberkolosis, sickle cell anemia, dan penyakit kronis non-spesifik.

### **2.3. Asetol**

Asetol merupakan suatu senyawa kimia dengan rumus molekul  $C_3H_6O_2$ . Nama lain dari senyawa ini adalah 2-oksopropanol, aseton alkohol, acetylcarbinol, hidroksiaseton, hidroksimetil metil keton, dan hidroksi propanon. Senyawa ini memiliki berat molekul 74,08 g/mol, titik leleh  $-17^\circ C$ , titik didih  $145^\circ C$ , dan density  $1,0928 \text{ g/cm}^3$ . Asetol merupakan senyawa yang sangat mudah larut di dalam air.

### **2.4. Metode Sol-Gel**

Menghasilkan material baru yang kuat untuk aplikasi hal-hal paling baru merupakan salah satu ilmu pengetahuan yang besar dan teknik yang menantang saat ini. Salah satu metode modern untuk menghasilkan material anorganik dan anorganik/organik paling baru dari prekursor molekuler adalah proses sol-gel.

Proses sol-gel bisa dijelaskan sebagai proses pembentukan jaringan oksida melalui reaksi polikondensasi molekul prekursor dalam media cair. Selain itu proses sol-gel juga bisa dikatakan sebagai proses pembentukan material melalui sol, pembentukan gel (*gelation*) dari sol, dan diakhiri dengan pelepasan pelarut.

Koloid merupakan suspensi dengan fasa terdispersi yang sangat kecil yaitu sekitar 1-1000 nm. Sol adalah suspensi koloid partikel padat dalam cairan, sedangkan gel merupakan suspensi koloid partikel cair dalam padatan<sup>[9]</sup>.

#### **2.4.1. Prekursor pada Proses Sol-Gel**

Dalam proses sol-gel, prekursor dalam pembuatan koloid terdiri dari unsur logam atau metalloid yang dikelilingi oleh bermacam-macam ligan.


Titanium alkoksida,  $Ti(OR)_4$ , adalah senyawa logam-organik yang merupakan logam alkoksida yang telah banyak dipelajari untuk preparasi partikel dalam larutan alkohol berair (kimia sol-gel) dan juga untuk preparasi gelas dan gel monolitik<sup>[2]</sup>.

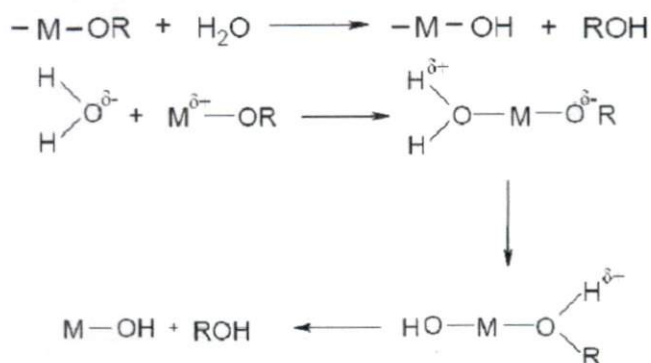
Titanium isopropoksida (TIP) merupakan salah satu senyawa titanium alkoksida dengan rumus molekul  $TiC_{12}H_{28}O_4$ . Nama lain dari senyawa ini adalah isopropyl titanat (IV), titanium tetraisopropoksida, isopropyl ortotitanat, tetraisopropoksititanium, tetraisopropoksi orto titanat, titanium isopropilat, atau yzor TPT. Senyawa ini memiliki titik leleh 18-20°C, titik didih 232°C, dan density 232°C.


### 2.4.2. Reaksi pada Proses Sol-Gel

Proses sol-gel tergantung pada hidrolisis dan kondensasi dari prekursor. Kebanyakan proses sol-gel menggunakan senyawa alkoksida sebagai prekursor. Alkoksida menyediakan sumber monomer “anorganik” yang cocok, yang biasanya larut dalam berbagai jenis pelarut, khususnya alkohol. Alkohol memungkinkan penambahan air yang cocok untuk memulai reaksi<sup>[10]</sup>.

Keuntungan lain dari alkoksida adalah kemungkinan untuk mengontrol kecepatan dengan mengontrol hidrolisis dan kondensasi dengan bahan-bahan kimia. Dengan menggunakan alkoksida sebagai prekursor, proses sol-gel bisa disederhanakan dengan reaksi berikut<sup>[10]</sup>:

 Hidrolisis logam alkoksida



 Kondensasi



### 2.4.3. Gambaran Umum Proses Sol-Gel

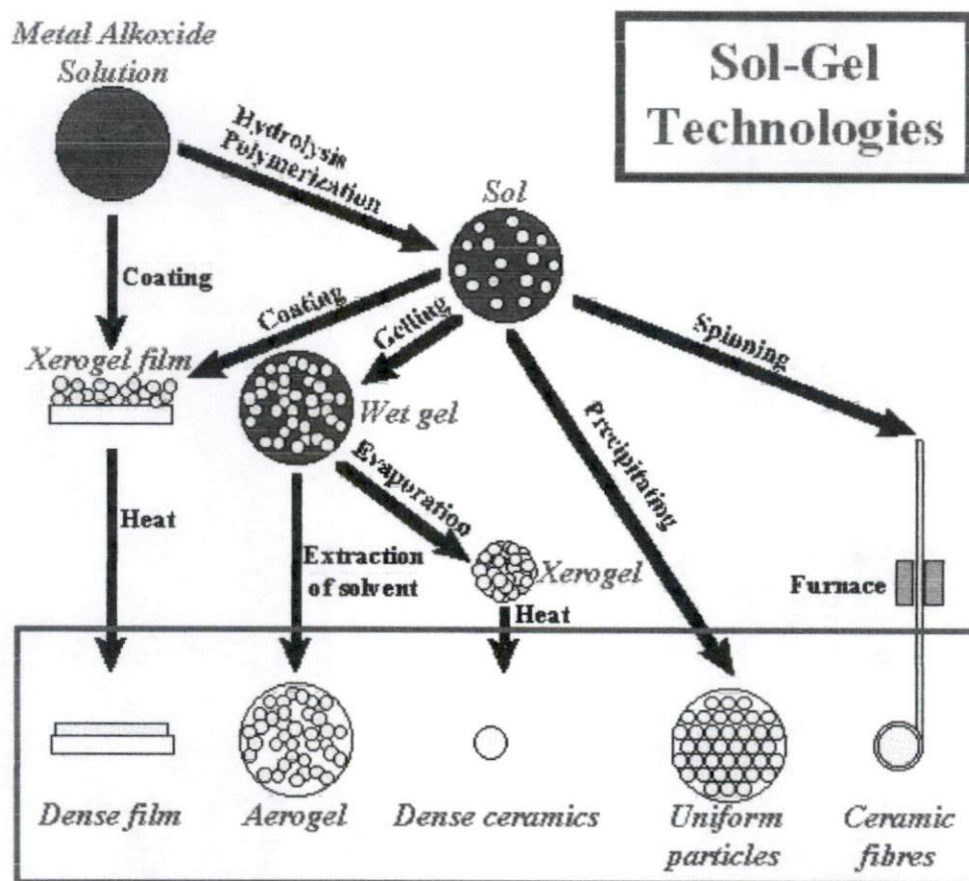
Saat ini proses sol-gel merupakan bentuk dari proses nanostruktur yang dimulai dengan unit berukuran nanometer dan terlibat reaksi pada skala nanometer yang

menghasilkan material dengan ukuran nanometer. Proses sol-gel menghasilkan nanostruktur yang lebih murni dan seragam<sup>[11]</sup>.

Secara umum, tahap-tahap proses sol-gel adalah:

1. Pencampuran
2. Pembentukan gel, didefinisikan secara empiris sebagai waktu saat larutan tidak lagi mengalir.
3. Penentuan model, ada tiga model berbeda yang bisa terbentuk yaitu *thin film*, *fiber*, dan *bulk*.
4. Pengeringan
5. Desinfikasi

Berikut ini merupakan penggambaran sederhana dari proses sol-gel<sup>[8]</sup>:



Gambar 1. Gambaran Umum Proses Sol-Gel

#### 2.4.4. Faktor-Faktor yang Mempengaruhi Proses Sol-Gel

Dalam proses sol-gel, ada beberapa faktor yang berpengaruh dalam menghasilkan produk yang diinginkan, yaitu<sup>[11]</sup>:

a. Senyawa logam

Senyawa logam yang digunakan sebagai bahan pemula pada reaksi hidrolisis dan kondensasi disebut prekursor. Persyaratan umum dari prekursor yang digunakan adalah harus dapat larut dalam media reaksi dan harus cukup reaktif dalam pembentukan gel. Mackenzie menyimpulkan bahwa perbedaan senyawa alkoksida yang digunakan sebagai prekursor dalam proses sol-gel akan memberikan perbedaan yang jelas pada densitas, ukuran pori, dan luas permukaan gel.

b. Katalis

Penggunaan katalis menyebabkan reaksi hidrolisis menjadi lebih cepat dan sempurna. Katalis yang umum digunakan dalam reaksi pembentukan gel adalah asam anorganik seperti HCl, HNO<sub>3</sub>, dan H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>. Disamping itu, asam organik juga dapat digunakan sebagai katalis seperti asam asetat atau pembentukan gel dan sifat fisik gel. Namun demikian, katalis tidak diperlukan dalam reaksi kondensasi.

c. Pelarut

Pada tahap awal pelarut digunakan untuk menghomogenkan campuran bahan dasar dan air karena sifat kepolarannya berbeda. Pelarut ini berfungsi untuk menghalangi pemisahan fasa cair-cair pada waktu reaksi hidrolisis dan mengontrol konsentrasi logam. Pelarut yang umum digunakan dalam reaksi pembentukan gel adalah alkohol, karena alkohol mempunyai tekanan uap yang lebih tinggi pada temperatur kamar.

d. Temperatur

Temperatur dalam proses sol-gel akan mempengaruhi kecepatan pembentukan gel. Proses sol-gel yang telah dilakukan pada temperatur yang lebih tinggi dari temperatur kamar menyebabkan laju hidrolisis akan menjadi cepat dan juga menyebabkan gel cepat terbentuk.

#### **2.4.5. Kelebihan dan Kekurangan Proses Sol-Gel**

Proses sol-gel mempunyai beberapa kelebihan seperti dapat menghasilkan kaca bermutu tinggi dengan suhu proses di bawah suhu pembuatan kaca secara konvensional. Di samping mempunyai kelebihan, proses sol gel juga mempunyai beberapa kelemahan. Akan tetapi, kelemahan ini bukanlah suatu penghambat untuk terus melakukan penelitian dengan metode sol-gel<sup>[11]</sup>.

Kelebihan metode sol-gel dibandingkan dengan metode konvensional adalah:

- a. Kehomogenan yang lebih baik
- b. Kemurnian yang tinggi
- c. Suhu relatif rendah
- d. Tidak terjadi reaksi dengan senyawa sisa
- e. Kehilangan bahan akibat penguapan dapat diperkecil
- f. Mengurangi pencemaran udara

Kekurangan metode sol-gel adalah:

- a. Bahan mentah mahal
- b. Penyusutan yang besar selama proses pengeringan
- c. Terbentuknya pori-pori
- d. Sisa hidroksil dan karbon
- e. Menggunakan pelarut organik yang berbahaya bagi kesehatan
- f. Memerlukan waktu pemrosesan yang lama

Walaupun proses sol-gel mudah dilakukan, terdapat beberapa permasalahan dalam menghasilkan produk akhir. Salah satunya yaitu sukar untuk mendapatkan produk yang bebas dari pecahan saat proses pengeringan. Hal ini disebabkan karena struktur intekritinya. Proses pengeringan yang terlalu cepat akan menghasilkan produk akhir dalam bentuk serbuk atau serpihan<sup>[11]</sup>.

#### **2.5. X-Ray Diffraction (XRD)**

Metode yang sering digunakan untuk menentukan ukuran nanopartikel adalah metode Scherer. Ukuran kristalin ditentukan berdasarkan pelebaran puncak difraksi sinar-X yang muncul. Metode ini sebenarnya memprediksi ukuran kristalin dalam material, bukan ukuran partikel. Jika satu partikel mengandung sejumlah kritallites yang kecil-kecil maka informasi yang diberikan metode

Scherrer adalah ukuran kristalin tersebut, bukan ukuran partikel. Untuk partikel berukuran nanometer, biasanya satu partikel hanya mengandung satu kristalit. Dengan demikian, ukuran kristalinitas yang diprediksi dengan metode Scherer juga merupakan ukuran partikel<sup>[13]</sup>.

Berdasarkan metode ini, makin kecil ukuran kristalit maka makin lebar puncak difraksi yang dihasilkan. Mengapa kristalit yang kecil menghasilkan puncak yang lebar? Penyebabnya karena kristalit yang kecil memiliki bidang pantul sinar-X yang terbatas. Puncak difraksi dihasilkan oleh interferensi secara konstruktif cahaya yang dipantulkan oleh bidang-bidang Kristal<sup>[13]</sup>.

Hubungan antara ukuran kristalit dengan lebar puncak XRD dapat diproksimasi dengan persamaan Scherer :

$$D = \frac{\lambda}{B \cos \theta_B}$$

dengan D adalah ukuran (diameter) kristalites,  $\lambda$  adalah panjang gelombang sinar-X yang digunakan,  $\theta_B$  adalah sudut Bragg, B adalah FWHM satu puncak yang dipilih<sup>[13]</sup>.

## 2.6. Scanning Electron Microscopy (SEM)

SEM adalah salah satu jenis mikroskop electron yang menggunakan berkas electron untuk menggambar profil permukaan benda. Prinsip kerja SEM adalah menembakkan permukaan benda dengan berkas electron berenergi tinggi. Permukaan benda yang dikenai berkas akan memantulkan kembali berkas tersebut atau menghasilkan electron sekunder ke segala arah. Tetapi ada satu arah di mana berkas dipantulkan dengan intensitas tertinggi. Detektor di dalam SEM mendeteksi electron yang dipantulkan dan menentukan lokasi berkas yang dipantulkan dengan intensitas tertinggi. Arah tersebut memberi informasi profil permukaan benda seperti seberapa landai dan ke mana arah kemiringan<sup>[13]</sup>.

Pada saat dilakukan pengamatan, lokasi permukaan benda yang ditembak dengan berkas electron di-scan ke seluruh area daerah pengamatan. Kita dapat membatasi lokasi pengamatan dengan melakukan zoom-in atau zoom-out. Berdasarkan arah pantulan berkas pada berbagai titik pengamatan maka profil

permukaan benda dapat dibangun menggunakan program pengolahan gambar yang ada dalam komputer<sup>[13]</sup>.

SEM memiliki resolusi yang lebih tinggi dari mikroskop optik. Hal ini disebabkan oleh panjang gelombang *de Broglie* yang dimiliki electron lebih pendek daripada gelombang optik. Makin kecil panjang gelombang yang digunakan maka makin tinggi resolusi mikroskop. Panjang gelombang *de Broglie* electron adalah  $\lambda = h/p$ , dengan  $h$  konstanta planck dan  $p$  adalah momentum electron. Momentum electron dapat ditentukan dari energi kinetik melalui hubungan  $K = p^2 / 2m$ , dengan  $K$  energi kinetik electron dan  $m$  adalah massanya<sup>[13]</sup>.

### **2.7. Vibrating Sample Magnetometer (VSM)**

VSM beroperasi mengikuti hukum induksi Faraday, yaitu perubahan medan magnet dapat menghasilkan medan listrik arus searah. Medan listrik ini dapat diukur dan memberikan informasi kepada kita tentang medan magnet material yang sedang dipelajari. Sebuah VSM digunakan untuk mengetahui sifat magnet suatu material.

Jika suatu sampel diletakan dalam sebuah medan magnet seragam, sampel yang memiliki sifat magnet akan terpengaruh akibat medan luar dengan cara menyearahkan domain magnetiknya atau spin magnetik individual searah dengan momen magnet medan luar. Makin kuat medan luar yang diberikan, makin tinggi magnetisasi yang terjadi. Momen dipol magnetik dari sampel akan menciptakan sebuah medan magnetik di sekeliling sampel. Sebagaimana sampel bergerak ke atas dan ke bawah, medan magnet ini juga akan menghasilkan perubahan sesuai dengan fungsi waktu sehingga dapat dipindai dengan satu set kumparan terbuka.

Perubahan medan magnet akan menghasilkan arus listrik searah sesuai hukum induksi faraday. Arus ini sesuai besarnya dengan magnetisasi dari sampel, makin besar magnetisasi sampel makin besar arus induksi yang dihasilkan. Arus induksi ini diperkuat dengan sebuah penguat transimpedansi. Dengan menggunakan software pengamat dan pengontrol, kita dapat mengetahui seberapa besar sampel termagnetisasi dan bagaimana magnetisasinya bergantung pada medan magnet konstan yang diberikan<sup>[14]</sup>.

## BAB III

### METODOLOGI PENELITIAN

#### 3.1. Waktu dan Tempat

Penelitian ini dilakukan di Laboratorium Kimia Material Jurusan Kimia FMIPA Universitas Andalas mulai dari bulan April sampai dengan September 2010. Karakterisasi sampel menggunakan SEM dilakukan di Laboratorium Geologi, Bandung, XRD dilakukan di Laboratorium Material, Gifu University dan VSM dilakukan di Laboratorium Badan Tenaga Atom Nasional (BATAN), Serpong, Tangerang.

#### 3.2. Alat dan Bahan

##### 3.2.1. Alat

Peralatan yang digunakan diantaranya adalah beberapa peralatan gelas, *magnetic stirrer*, timbangan, oven, dan Furnace. Sedangkan instrumen yang digunakan adalah VSM tipe OXFORD VSM 1.2H, SEM JEOL JSM-6360LA, dan XRD Rigaku, Ultima IV.

##### 3.2.2. Bahan

Adapun bahan yang digunakan adalah Titanium (IV) isopropoksida (TIP) (97% Aldrich), besi nitrat ( $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ ), isopropanol (99,8%, Merck), aseton (90%, Fluka), dan hidrazin (98%, Merck).

#### 3.3. Prosedur Percobaan

Besi titanat,  $\text{Fe}_x\text{Ti}_y\text{O}_z$  disintesis dengan metode sol-gel menggunakan prekursor titanium isopropoksida (TIP), dan  $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$  dalam pelarut isopropanol. Sebanyak 1,69 mL aseton 1 mol dan 1,2 mL hidrazin 1 mol atau 0,56 mL aseton 0,33 mol dan 0,4 mL hidrazon 0,33 mol dicampurkan, kemudian ditambahkan ke dalam 0,5 mol titanium isopropoksida (TIP) sebanyak 3,6 mL di dalam isopropanol. Campuran tersebut distirer selama 15 menit, larutan yang diperoleh diberi kode larutan A. Penambahan aseton dan hidrazin ini berfungsi sebagai aditif pada sintesis besi titanat ini.  $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$  0,33 mol sebanyak 3,3 gram

ditambahkan ke dalam isopropanol lalu distirer selama kurang lebih 15 menit, larutan ini diberi kode larutan B. Larutan B ditambahkan ke dalam larutan A yang sedang distirer.

Campuran kedua larutan tersebut distirer selama 4 jam dan didiamkan selama 12 jam, maka akan terbentuk gel berwarna coklat. Gel tersebut lalu diuapkan pada suhu 70°C yang bertujuan untuk menghilangkan pelarut. Padatan merah kecoklatan yang dihasilkan selanjutnya dikeringkan di oven selama 4 jam pada suhu 150°C. Selanjutnya dilakukan kalsinasi selama 1 jam pada suhu 350°C, lalu selama 4 jam pada suhu 500, 700, dan 900°C. Hasil yang diperoleh berupa bubuk berwarna coklat kehitaman. Bubuk tersebut kemudian dikarakterisasi dengan SEM, XRD, dan VSM.

Karakterisasi dengan SEM bertujuan untuk mengetahui gambaran permukaan dari material, SEM juga dapat menunjukkan ukuran partikel di permukaan material. XRD digunakan untuk mengidentifikasi fasa kristalin dalam material dan juga dapat menunjukkan ukuran kristal. Analisis VSM digunakan untuk mengetahui sifat magnet dari material yang dihasilkan.

## IV. HASIL DAN PEMBAHASAN

### 4.1 Pembuatan Fe-Ti oksida

#### 4.1.1 Pembuatan Larutan Homogen

Pada penelitian ini, senyawa Fe-Ti oksida disintesis dengan menggunakan metode sol gel. Metode sol gel merupakan suatu metode pembentukan jaringan oksida melalui reaksi polikondensasi molekul prekursor dalam media cair. Prekursor yang digunakan adalah Titanium (IV) isopropoksida sebagai sumber titanium, besi nitrat berhidrat sebagai sumber besi, dan isopropanol sebagai pelarut. Selain bahan dasar tersebut, pada penelitian ini juga digunakan asetol hidrazon sebagai aditif.

Pembuatan sol dilakukan dengan melarutkan besi nitrat dalam pelarut isopropanol, sedangkan titanium (IV) isopropoksida dilarutkan dalam isopropanol yang telah ditambahkan asetol hidrazon. Perbandingan mol yang digunakan pada awalnya adalah Fe:Ti adalah 2:3. Proses pelarutan ini dilakukan dengan menggunakan peralatan stirer pada temperatur kamar selama  $\pm 3$  jam.

Penambahan asetol hidrazon 0,33 mol gel yang dihasilkan berwarna kehijauan dan kemudian gel tersebut mengendap. Oleh karena itu dilakukan peningkatan mol asetol hidrazon menjadi 1 mol. Pada penambahan ini didapatkan gel berwarna coklat muda dan tidak terjadi pengendapan. Akan tetapi gel sulit terbentuk, hal ini dikarenakan sifat *chelate* dari asetol hidrazon yang dapat melindungi hidrolisis TIP. Asetol hidrazon juga berfungsi sebagai penstabil TIP melalui pembentukan kompleks antara ion pusat Ti (IV) pada TIP dengan atom donor pasangan elektron pada asetol hidrazon.

Untuk mengetahui pengaruh aditif isopropanol, dilakukan juga sintesis Fe-Ti oksida tanpa menggunakan aditif asetol hidrazon. Tanpa penambahan aditif asetol hidrazon dihasilkan gel padat berwarna coklat tua.

#### 4.1.2 Pengeringan dan Kalsinasi

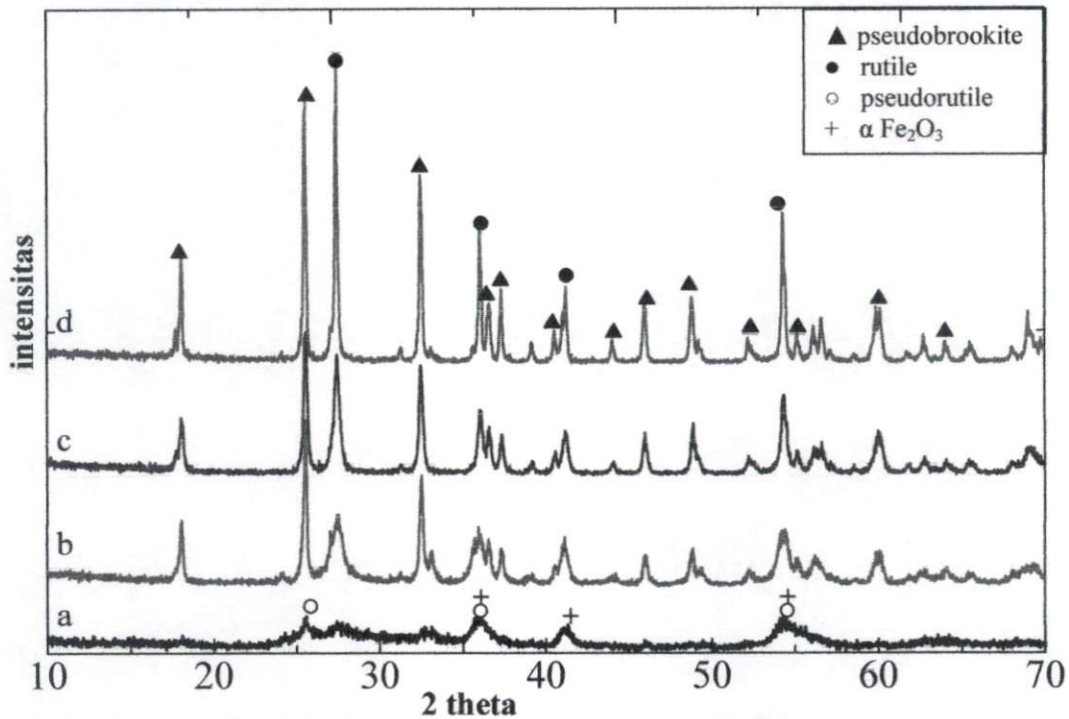
Gel yang didapatkan kemudian dikeringkan di dalam oven pada suhu 70 - 150°C selama  $\pm 4$  jam. Pengeringan ini bertujuan untuk menguapkan pelarut, sehingga didapatkan gel kering berwarna hitam. Gel kering ini dipanaskan pada suhu 300°C

selama satu jam kemudian dikalsinasi pada tiga variasi suhu, yaitu pada suhu 500, 700, dan 900°C selama 3 jam. Hasil yang didapatkan dari kalsinasi ini adalah powder berwarna coklat.

## 4.2 Karakterisasi

### 4.2.1 Analisis X-Ray Diffraction (XRD)

Analisis XRD digunakan untuk mengetahui susunan atom-atom dalam suatu material kristalin sehingga akan diketahui struktur, orientasi, dan ukuran partikel. Gambar 2 menunjukkan pola difraksi sinar-X dari kristal Fe-Ti oksida. Pada gambar 2a menunjukkan pola XRD dikalsinasi pada suhu 500°C, 2b setelah kalsinasi pada suhu 700°C, 2c setelah kalsinasi pada suhu 700°C tanpa penambahan aditif asetol hidrazon, dan 2d setelah kalsinasi pada suhu 900°C.

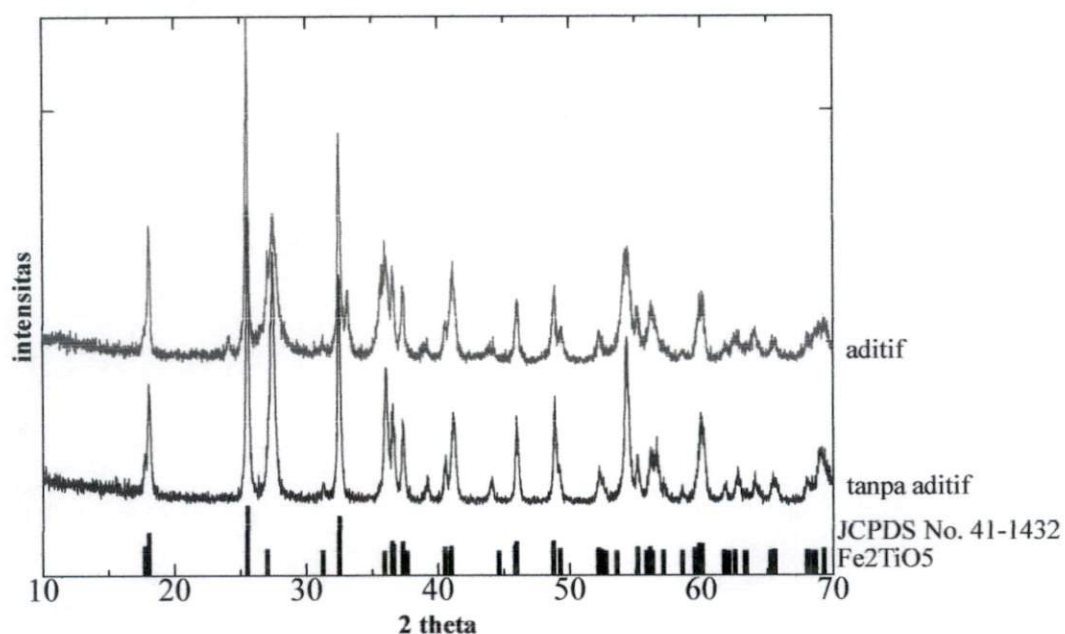


**Gambar 2.** Pola XRD Fe-Ti Oksida a) tanpa kalsinasi; b) suhu 500°C; c) suhu 700°C; d) suhu 700°C tanpa asetol hidrazon; dan e) suhu 900°C

Pola XRD dari Fe-Ti oksida setelah kalsinasi pada suhu 500°C diperoleh puncak-puncak dari pseudorutil ( $\text{Fe}_2\text{Ti}_3\text{O}_9$ ) dan  $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. Pola yang ditunjukkan pada Fe-Ti oksida dengan suhu kalsinasi 700 dan 900°C mempunyai puncak-puncak pada nilai  $2\theta$  yang sama, tetapi dengan intensitas yang berbeda. Hal ini

menunjukkan bahwa pada suhu kalsinasi 700 dan 900°C diperoleh senyawa yang sama, yaitu pseudobrookite ( $\text{Fe}_2\text{TiO}_5$ ) dan  $\text{TiO}_2$  rutil.

Pola difraksi sinar-X juga dapat memberikan informasi mengenai ukuran kristal. Ukuran kristal ini bisa diketahui dengan menggunakan metode Scherrer, dimana puncak yang tajam dengan lebar puncak yang sempit menandakan bahwa ukuran kristal besar, sedangkan puncak yang mengalami pelebaran menandakan ukuran kristal kecil. Dengan mengukur FWHM (Full Width at Half Maximum) dari puncak refleksi tertinggi, dapat diperoleh ukuran kristal.

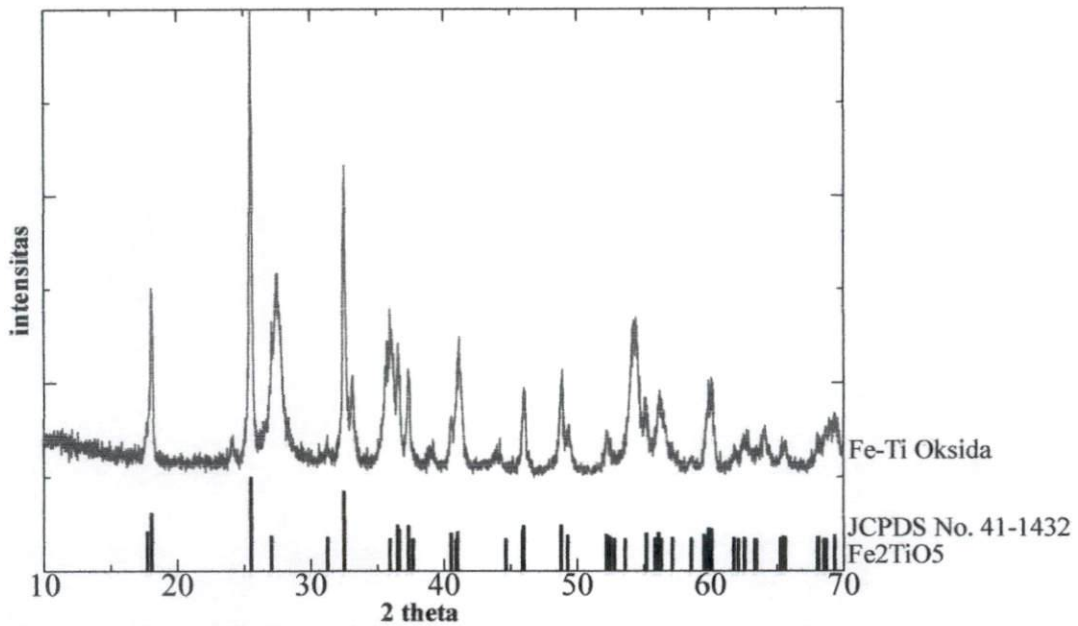


**Gambar 3.** Pola XRD dari kristal Fe-Ti oksida dengan dan tanpa penambahan aditif aseton hidrazon dengan kalsinasi pada suhu 700°C.

Pengaruh penggunaan aseton hidrazon pada sintesis Fe-Ti oksida ini dapat dilihat pada gambar 3. Dari hasil XRD dapat dilihat bahwa pola yang dihasilkan dengan dan tanpa penambahan aseton hidrazon menunjukkan puncak-puncak yang sama dengan intensitas yang berbeda. Hal ini menunjukkan bahwa kristal yang didapatkan sama, akan tetapi ukuran kristalnya berbeda.

Kristal dengan penambahan aditif memiliki puncak tertinggi yang tajam dan sempit, sedangkan tanpa penambahan aditif puncak tertinggi lebih lebar. Berdasarkan metode Scherrer, puncak yang tajam dan sempit menandakan ukuran kristal lebih besar dan puncak yang melebar menandakan ukuran kristal yang

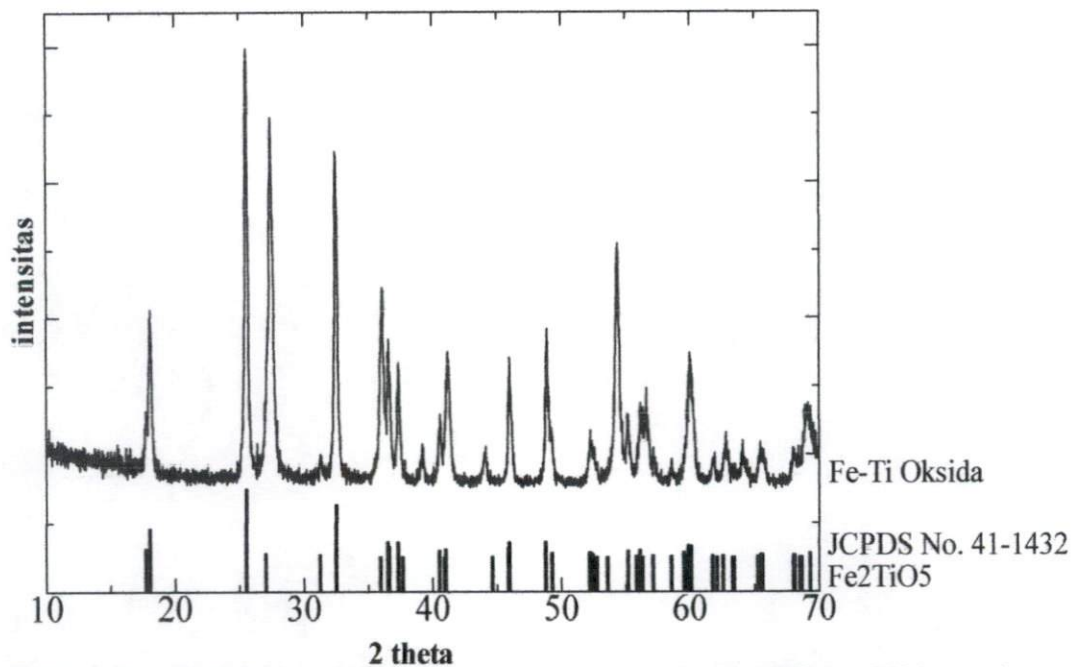
lebih kecil. Jadi, dengan penambahan aditif, Fe-Ti oksida yang dihasilkan memiliki kristalinitas yang lebih bagus dengan ukuran kristal yang lebih besar.



**Gambar 4.** Pola XRD dari kristal Fe-Ti oksida dengan penambahan aditif asetol hidrazon dengan kalsinasi pada suhu 700°C.

Kristal Fe-Ti oksida dengan penambahan asetol hidrazon yang dikalsinasi pada suhu 700°C ditunjukkan pada gambar 4. Puncak dengan intensitas tertinggi terletak pada nilai  $2\theta = 25,52$ . Hal ini juga didukung oleh puncak-puncak pada  $2\theta = 18,06^\circ$ ;  $32,48^\circ$ ; dan  $37,34^\circ$ . Sesuai dengan standar JCPDS No. 41-1432 (Lampiran 4), kristal yang didapat adalah pseudobrookite ( $\text{Fe}_2\text{TiO}_5$ ).

Puncak tertinggi memiliki nilai FWHM sebesar 0,242, maka dapat dihitung ukuran kristal pseudobrookite yang didapat yaitu sebesar 33,09 nm (Tabel 2, Lampiran 6). Selain pseudobrookite, didapatkan juga kristal  $\text{TiO}_2$  rutil. Puncak tertinggi rutil terlihat pada nilai  $2\theta = 27,42^\circ$  sesuai standar JCPDS No. 21-1276 (Lampiran 5) dengan nilai FWHM 0,940 memiliki ukuran kristal sebesar 20,18 nm. (Tabel 2, Lampiran 7)

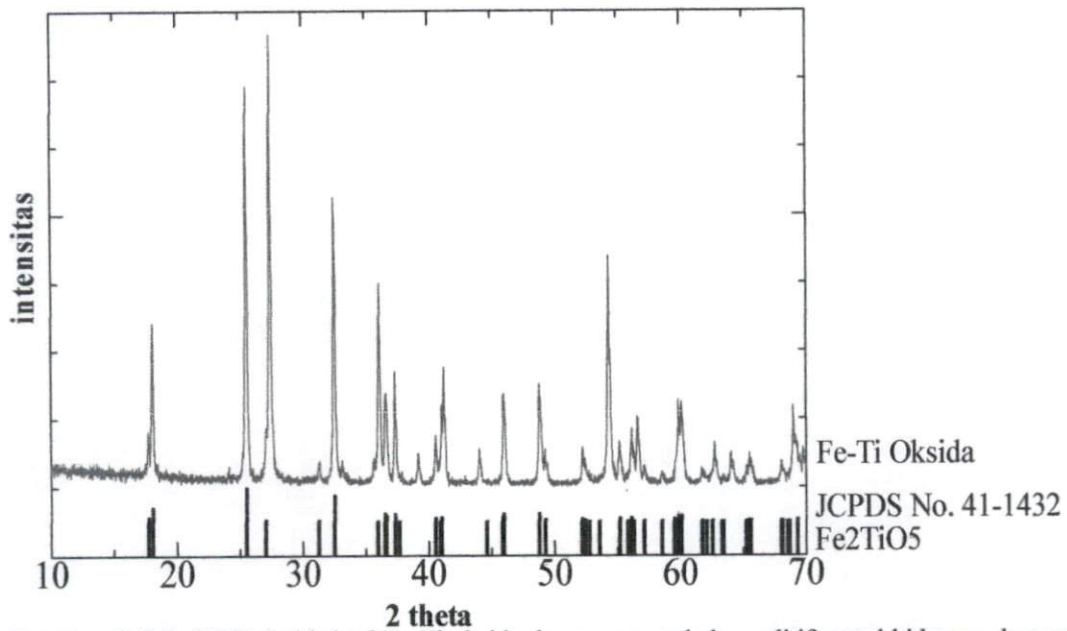


**Gambar 5.** Pola XRD dari kristal Fe-Ti oksida tanpa penambahan aditif asetol hidrazon dengan kalsinasi pada suhu 700°C.

Gambar 5 menunjukkan pola XRD dari Fe-Ti oksida tanpa penambahan asetol hidrazon yang dikalsinasi pada suhu 700°C. Puncak yang tajam dengan intensitas tertinggi terdapat pada  $2\theta = 25,56^\circ$ , yang didukung oleh puncak-puncak lain pada  $2\theta = 18,06^\circ$ ;  $32,48^\circ$ ; dan  $36,06^\circ$ . Berdasarkan standar JCPDS No. 41-1432 (Lampiran 4), kristal yang diperoleh merupakan pseudobrookite ( $\text{Fe}_2\text{TiO}_5$ ).

Dibandingkan dengan pola XRD dari Fe-Ti oksida dengan penambahan asetol hidrazon, puncak pada Fe-Ti oksida tanpa penambahan asetol hidrazon ini memiliki lebar puncak yang lebih lebar. Menurut metode Scherrer, puncak tajam yang mengalami pelebaran menandakan ukuran kristal lebih kecil. Hal ini dibuktikan dengan perhitungan ukuran kristal yang didapat adalah sebesar 30,12 nm (Tabel 2, Lampiran 6).

Puncak rutil tanpa penambahan aditif pada  $2\theta = 27,44^\circ$  lebih tajam dan sempit dengan intensitas yang tinggi. Ukuran kristal rutil yang didapatkan adalah sebesar 47,54 nm (Tabel 2, Lampiran 7).



Gambar 6. Pola XRD dari kristal Fe-Ti oksida dengan penambahan aditif asetol hidrazon dengan kalsinasi pada suhu 900°C.

Pada gambar 6 puncak tertinggi berada pada  $2\theta = 27,42$ . Puncak ini merupakan puncak dari rutil  $TiO_2$  sesuai standar JCPDS No. 47-1777. Jadi, dapat dinyatakan bahwa pada suhu 900°C kristal rutil yang didapatkan lebih banyak daripada pseudobrookite. Ukuran kristal rutil yang didapatkan adalah sebesar 100,37 nm (Tabel 2, Lampiran 7).

Sedangkan puncak tertinggi dari Fe-Ti oksida berada pada  $2\theta = 25,54^\circ$ . Berdasarkan standar JCPDS No. 41-1432 (Lampiran 4), kristal yang diperoleh merupakan pseudobrookite ( $Fe_2TiO_5$ ). Hal ini juga didukung oleh puncak-puncak pada  $2\theta = 18,08^\circ; 32,48^\circ; 36,6^\circ; \text{ dan } 37,32^\circ$ . Berdasarkan puncak dengan intensitas tertinggi dapat diperoleh ukuran kristal dengan menggunakan metode Scherrer. Ukuran kristal yang didapat adalah sebesar 35,35 nm (Tabel 2, Lampiran 6).

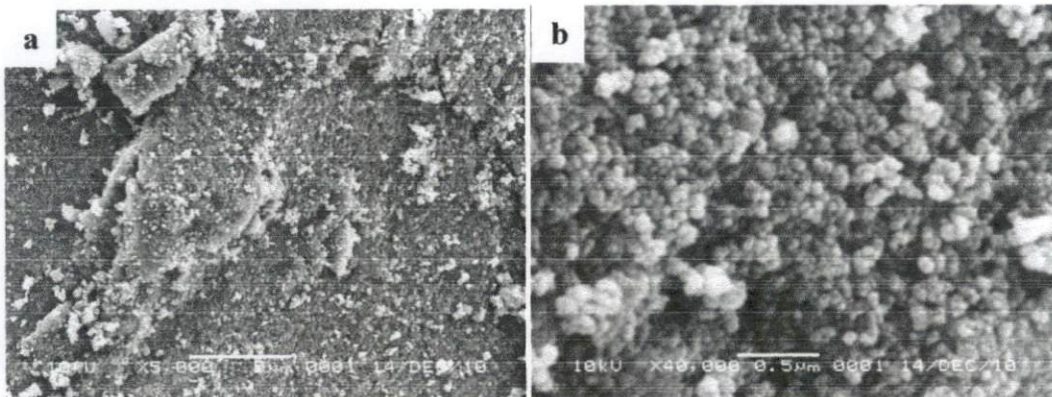
Tabel 2. Ukuran kristal Fe-Ti oksida berdasarkan rumus Scherrer

Suhu	2θ (°)		FWHM (°)		Ukuran kristal/ L (nm)	
	Fe <sub>2</sub> TiO <sub>5</sub>	TiO <sub>2</sub>	Fe <sub>2</sub> TiO <sub>5</sub>	TiO <sub>2</sub>	Fe <sub>2</sub> TiO <sub>5</sub>	TiO <sub>2</sub>
700° (aditif)	25,52	27,42	0,242	0,873	33	20
700° (tanpa aditif)	25,56	27,44	0,267	0,393	30	47
900° (aditif)	25,54	27,42	0,227	0,189	35	100

Berdasarkan Tabel 2 di atas dapat dinyatakan bahwa kristal yang dihasilkan dengan atau tanpa penambahan asetol hidrazon sama, hanya ukuran kristal yang berbeda. Dengan penambahan asetol hidrazon, ukuran kristal yang dihasilkan lebih besar dan kristalinitasnya lebih bagus. Hal ini dapat dilihat pada gambar 2, puncak pada 2c mengalami pelebaran yang menandakan bahwa ukuran kristal lebih besar.

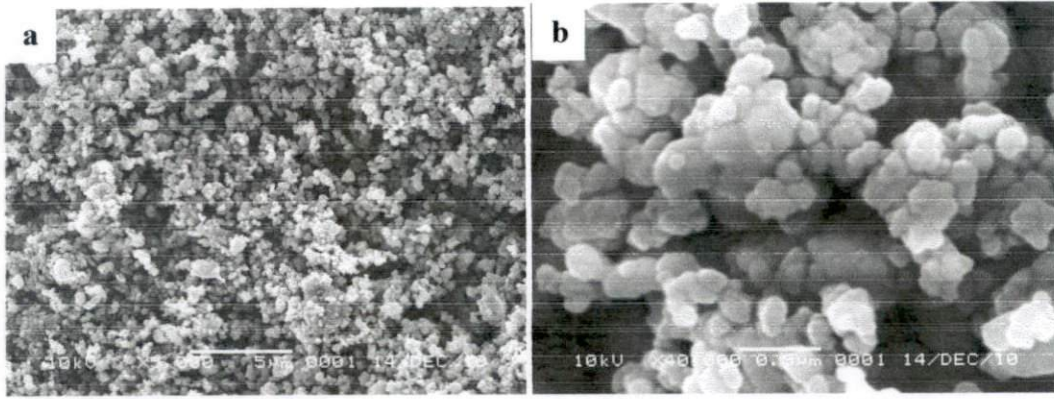
#### 4.2.2 Analisis *Scanning Electron Microscopy* (SEM)

Morfologi permukaan partikel yang dihasilkan pada suhu kalsinasi 700°C dapat diamati dari hasil analisis SEM.



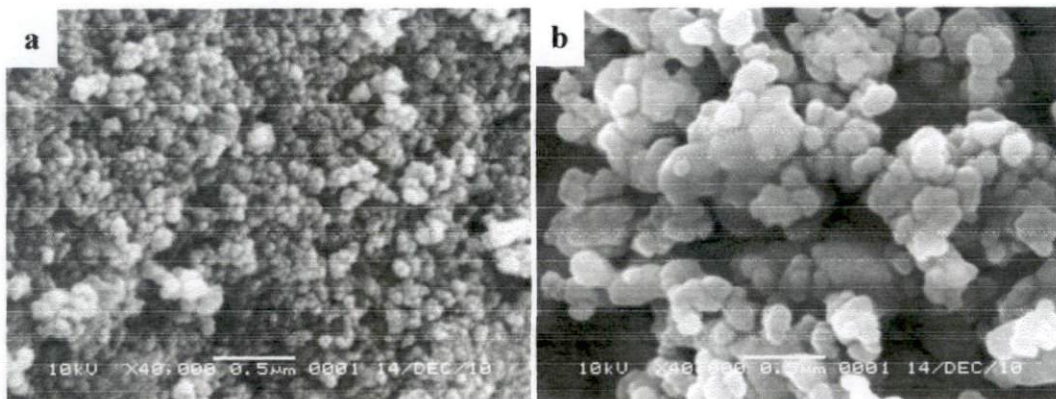
**Gambar 7.** Analisis SEM Fe-Ti oksida pada kalsinasi 700°C tanpa penambahan aditif asetol hidrazon dengan perbesaran 5000x (a) dan 40000 (b).

Gambar 7 memperlihatkan morfologi kristal tanpa penambahan aditif asetol hidrazon dengan perbesaran 5000 dan 40000x. Pada perbesaran 5000x terlihat bahwa partikel yang dihasilkan mengalami aglomerasi. Hal ini diperjelas pada perbesaran 40000x, dapat dilihat bahwa partikel-partikel yang dihasilkan mengalami penumpukan dan penyebaran kristalnya tidak merata.



**Gambar 8.** Analisis SEM Fe-Ti oksida pada kalsinasi 700°C dengan penambahan aditif asetol hidrazon dengan perbesaran 5000x (a) dan 40000 (b).

Gambar 8 memperlihatkan morfologi kristal dengan penambahan aditif asetol hidrazon pada 5000 dan 40000x perbesaran. Pada perbesaran 5000x terlihat bahwa penyebaran partikel yang dihasilkan lebih merata dan kurang teraglomerasi. Pada perbesaran 40000x dapat dilihat ukuran partikel yang tidak seragam. Ukuran partikel yang tidak seragam diduga karena pada sintesis ini dihasilkan dua kristal, yaitu pseudobrookite dan  $\text{TiO}_2$  rutil.



**Gambar 9.** Analisis SEM Fe-Ti oksida pada kalsinasi 700°C tanpa penambahan aditif (a) dan dengan penambahan aditif (b) dengan perbesaran 40000.

Gambar 9 memperlihatkan perbandingan morfologi permukaan partikel dengan dan tanpa penambahan aditif. Dapat diamati bahwa ukuran partikel Fe-Ti oksida tanpa penambahan aditif asetol hidrazon lebih kecil dan mengalami aglomerasi, sedangkan partikel Fe-Ti oksida dengan penambahan aditif asetol hidrazon memiliki ukuran partikel yang lebih besar dan kurang teraglomerasi.

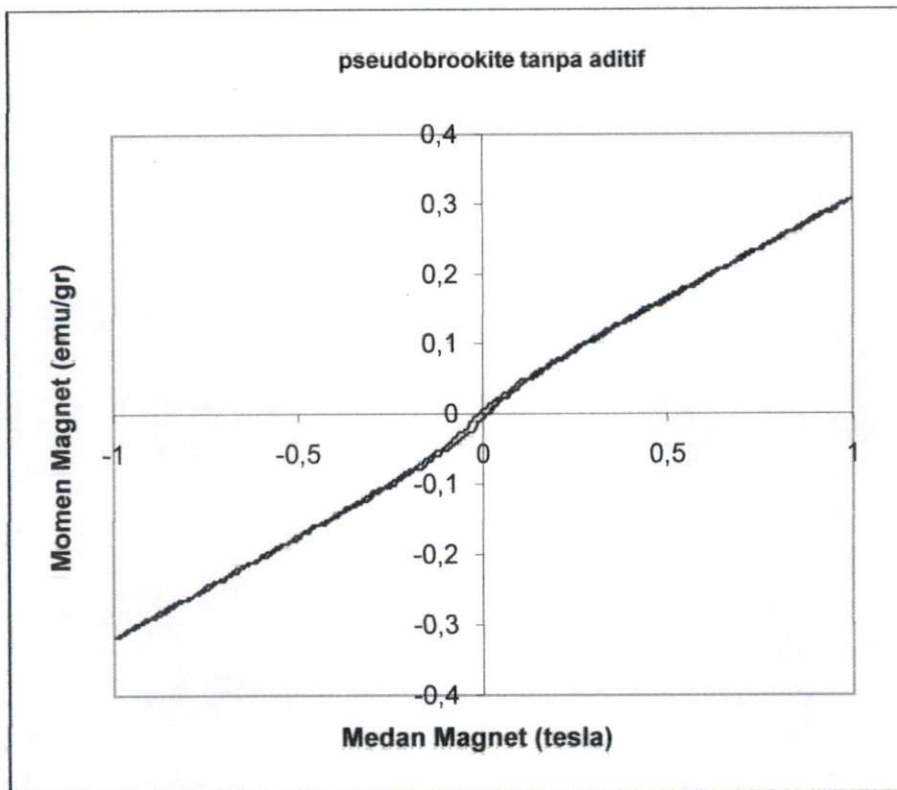
Oleh karena itu, dapat dinyatakan bahwa adanya asetol hidrazon menyebabkan ukuran partikel/kristal lebih besar dan penyebaran kristal lebih bagus karena kurang teraglomerasi sehingga luas permukaan juga lebih besar. Luas permukaan yang lebih besar ini sangat berguna ketika diaplikasikan sebagai fotokatalis. Pada perbesaran ini dapat diketahui ukuran kristal dengan penambahan aditif berada pada rentang 0,11 – 0,25  $\mu\text{m}$ , sedangkan ukuran kristal tanpa penambahan aditif berada pada rentang 0,05 – 0,14  $\mu\text{m}$ .

Berdasarkan data XRD, diketahui bahwa kristal pseudobrookite( $\text{Fe}_2\text{TiO}_5$ ) yang disintesis dengan penambahan aditif asetol hidrazon memiliki ukuran kristal yang lebih besar dibandingkan kristal yang disintesis tanpa penambahan aditif. Hal ini diperkuat oleh gambar SEM, dari gambar SEM dapat dilihat bahwa ukuran partikel pseudobrookite dengan penambahan aditif lebih besar, sedangkan partikel tanpa penambahan aditif memiliki ukuran partikel yang lebih kecil.

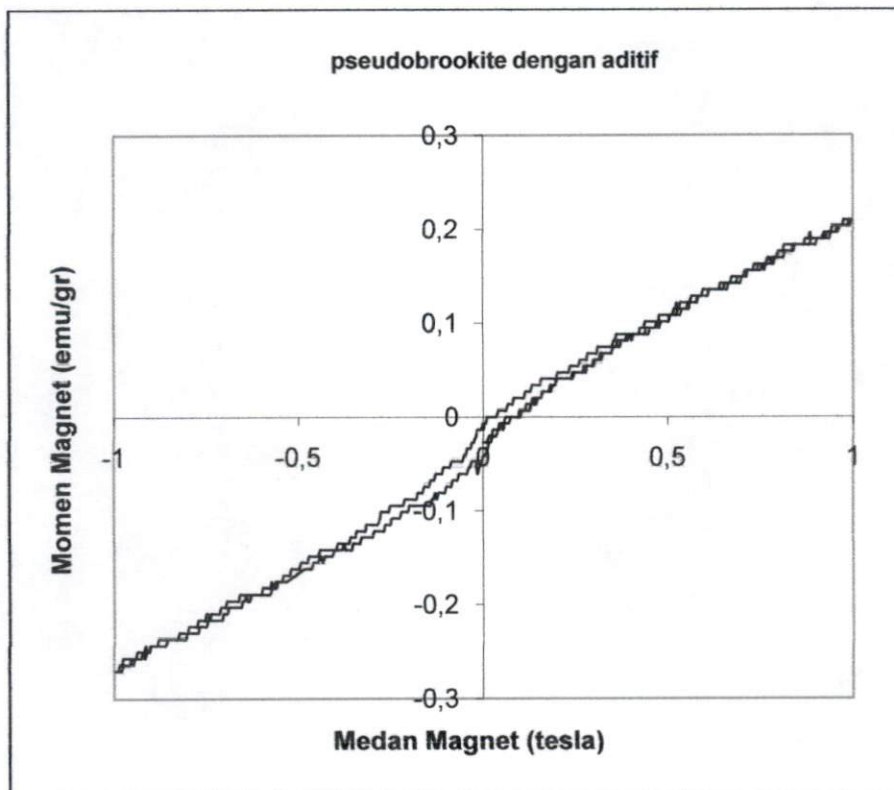
Kristalinitas pseudobrookite dengan penambahan aditif lebih baik daripada pseudobrookite tanpa penambahan aditif. Hal ini dapat dilihat pada gambar SEM, dimana pada kristal tanpa aditif mengalami aglomerasi, sedangkan kristal dengan penambahan aditif penyebaran kristalnya lebih baik. Pada pola XRD juga dapat dilihat bahwa puncak tertinggi pseudobrookite dengan penambahan aditif memiliki intensitas yang lebih tinggi dibandingkan puncak tertinggi pseudobrookite tanpa aditif.

#### **4.2.3 Analisis VSM**

Karakterisasi dengan VSM dilakukan untuk mengetahui sifat magnet dari nanopartikel  $\text{Fe}_2\text{TiO}_5$ . Hasil karakterisasi dengan VSM berupa kurva histeresis dari partikel pseudobrookite ditampilkan pada gambar 10 dan 11.



Gambar 10. Kurva histeresis pseudobrookite tanpa penambahan aditif asetol hidrazon



Gambar 11. Kurva histeresis pseudobrookite dengan penambahan aditif asetol hidrazon

Gambar 10 menunjukkan kurva histeresis dari partikel pseudobrookite tanpa penambahan aditif asetol hidrazon. Bentuk kurva dengan loop yang datar ini mengindikasikan bahwa sampel bersifat diamagnetik. Ini dibuktikan dengan nilai kejenuhan magnetisasi ( $M_s$ ) yang kecil yaitu 0,31 emu/g dan nilai koersif yang ( $H_c$ ) yang kecil yaitu 0,0115 Tesla. Kurva histeresis partikel pseudobrookite dengan penambahan aditif asetol hidrazon dapat dilihat pada gambar 11. Bentuk kurva partikel pseudobrookite dengan penambahan aditif memiliki bentuk yang sama dengan partikel tanpa penambahan aditif, yaitu loop yang datar. Nilai kejenuhan magnetisasi ( $M_s$ ) partikel ini adalah 0,21 emu/g dan nilai koersif yang lebih besar, yaitu 0,0872 Tesla.

## V. KESIMPULAN DAN SARAN

### 5.1 Kesimpulan

Berdasarkan hasil yang diperoleh, maka dapat diambil beberapa kesimpulan, yaitu:

1. Sintesis nanopartikel Fe-Ti oksida telah dilakukan dengan menggunakan Titanium (IV) isopropoksida dan besi nitrat nonahidrat sebagai bahan dasar dengan penambahan aditif aseton hidrazon dengan metode sol-gel.
2. Pola XRD menunjukkan kristal yang didapat berupa pseudorutile dan  $\alpha$ - $\text{Fe}_2\text{O}_3$  pada suhu kalsinasi  $500^\circ\text{C}$ , sedangkan pada suhu  $700$  dan  $900^\circ\text{C}$  diperoleh pseudobrookite dan rutil.
3. Penggunaan aditif aseton hidrazon pada sintesis Fe-Ti oksida menghasilkan partikel dengan ukuran  $0,05 - 0,14 \mu\text{m}$  sedangkan partikel yang dihasilkan tanpa penambahan aditif berukuran  $0,11 - 0,25$ .
4. Fe-Ti oksida yang dihasilkan dengan dan tanpa penambahan aditif aseton hidrazon memiliki sifat magnet yang sama, yaitu diamagnetik.

### 5.2 Saran

Bagi peneliti selanjutnya, disarankan agar:

1. Mempelajari pengaruh aditif lain untuk mensintesis Fe-Ti oksida.
2. Mempelajari sintesis Fe-Ti oksida dengan metode lain.

## DAFTAR PUSTAKA

1. Khaleel, A., "Sol-Gel Synthesis, Characterization, and Catalytic Activity of Fe(III) Titanates", *Colloids and Surfaces A: Physicochem. Eng. Aspects*, (2009), 346, 130-137.
2. P. P. Ahonen, E. I. Kauppinen, J. L. Deschanvres, J. C. Joubert, "Preparation of Nanocrystalline Titania Powder by Aerosol Pyrolysis of Titanium Alkoxide", *Materials Research Society*, (1998), Vol 520, 109-114.
3. S. I. Shah, W. Li, C. P. Huang, O. Jung, and C. Ni, "Study of  $\text{Nd}^{3+}$ ,  $\text{Pd}^{2+}$ ,  $\text{Pt}^{4+}$ , and  $\text{Fe}^{3+}$  Dopant Effect on Photoreactivity of  $\text{TiO}_2$  Nanoparticles", *PNAS*, (2002), vol 99, 6482-6486.
4. R. W. Fitzpatrick, J. Leroux, U. Schwertmann, "Amorphous and Crystalline Titanium and Iron-Titanium Oxides in Synthetic Preparations, at Near Ambient Conditions, and in Soil Clays", *Clays and Clay Minerals*, (1978), Vol. 26, No. 3, 189-201.
5. R. K. Pandey, P. Padmini, R. Schad, J. Dou, H. Stern, R. Wilkins, R. Dwivedi, W. J. Geerts, C. O'Brien, "Novel Magnetic-Semiconductors In Modified Iron Titanates For Radhard Electronics", *J Electroceram*, (2009), Vol. 22, 334-341.
6. M. A. Madare, S. V. Salvi, "Magnetic Behaviour of 'Lithiated'  $\text{Fe}_2\text{TiO}_5$ ", *Turk J Phys*, (2005), vol 29, 25-31.
7. S. Arif, T. Terazawa, T. Ban, Y. Ohya and Y. Takahasi, "Dip Coating of Metal Films from Metal Acetate-Acetol Hydrazone System", *Ceramic Processing Science VI*, (2001), 329 - 334.
8. Deddy T., Nugroho Adi, Jarnuzi Gunlazuardi, "Preparasi Titanium Oksida yang Didoping oleh Ion Tembaga (II) melalui Teknik Sol-Gel", Universitas Indonesia: Jakarta.
9. C. J. Brinker and G. W. Scherer, (1990), *The Physics and Chemistry of Sol-Gel Processing*, Academic Press: New York.
10. Xiangxin Yang, (2008), *Sol-Gel Synthesized Nanomaterials for Environmental Applications*, Department of Chemical Engineering Kansas State University: Kansas.

11. L. Amelao, D. Barreca, G. Bottaro, *Chem Matter*. Vol 17, 1450-1456, (2005).
12. A. R. West, (1998), *Solid State Chemistry and Its Applications*, John Willey and Sons Ltd, New York, 65-75.
13. Mikrajuddin Abdullah dan Khairurrijal, (2009), "Review: Karakterisasi Nanomaterial", *Jurnal Nanosains dan Nanoteknologi*, 2.
14. Miller, J. S. dan Drillon, M. (2002), *Magnetism: Molecules to Materials III*. WILEY-VCH Verlag GmbH, Weinheim (Federal Republic of Germany).

### Lampiran 1. Dasar-dasar Perhitungan yang Digunakan dalam Penelitian

Pada penelitian ini perbandingan mol yang digunakan adalah Fe : Ti : Asetol : Hidrazin adalah 2 : 3 : 6.  $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$  sebanyak 0,33 mol direaksikan dengan 0,5 mol TIP dan 1 mol asetol dan hidrazin.

#### 1. Larutan A

- a. Volume TIP 0,5 mol

Massa TIP

$$= \frac{0,5 \text{ mol}}{1 \text{ L}} \times \frac{284,26 \text{ g}}{1 \text{ mol}} \times 0,025 \text{ L} = 3,55 \text{ g}$$

Volume TIP

$$= \frac{3,55 \text{ g}}{0,970 \text{ g/mL}} = 3,66 \text{ mL}$$

- b. Volume asetol 1 mol

Massa asetol

$$= \frac{1 \text{ mol}}{1 \text{ L}} \times \frac{74,08 \text{ g}}{1 \text{ mol}} \times 0,025 \text{ L} = 1,852 \text{ g}$$

Volume asetol

$$= \frac{1,852 \text{ g}}{1,093 \text{ g/mL}} = 1,69 \text{ mL}$$

- c. Volume hidrazin 1 mol

Massa hidrazin

$$= \frac{1 \text{ mol}}{1 \text{ L}} \times \frac{50,06 \text{ g}}{1 \text{ mol}} \times 0,025 \text{ L} = 1,2515 \text{ g}$$

Volume hidrazin

$$= \frac{1,2515 \text{ g}}{1,032 \frac{\text{g}}{\text{mL}}} = 1,213 \text{ mL}$$

- d. Volume Isopropanol

$$= 25 \text{ mL} - (3,66 + 1,694 + 1,213) \text{ mL}$$

$$= 18,43 \text{ mL}$$

2. Larutan B

a. Massa  $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$  0,33 mol

Massa  $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$

$$= \frac{0,33 \text{ mol}}{1 \text{ L}} \times \frac{404 \text{ g}}{1 \text{ mol}} \times 0,025 \text{ L} = 3,33 \text{ g}$$

Volume  $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$

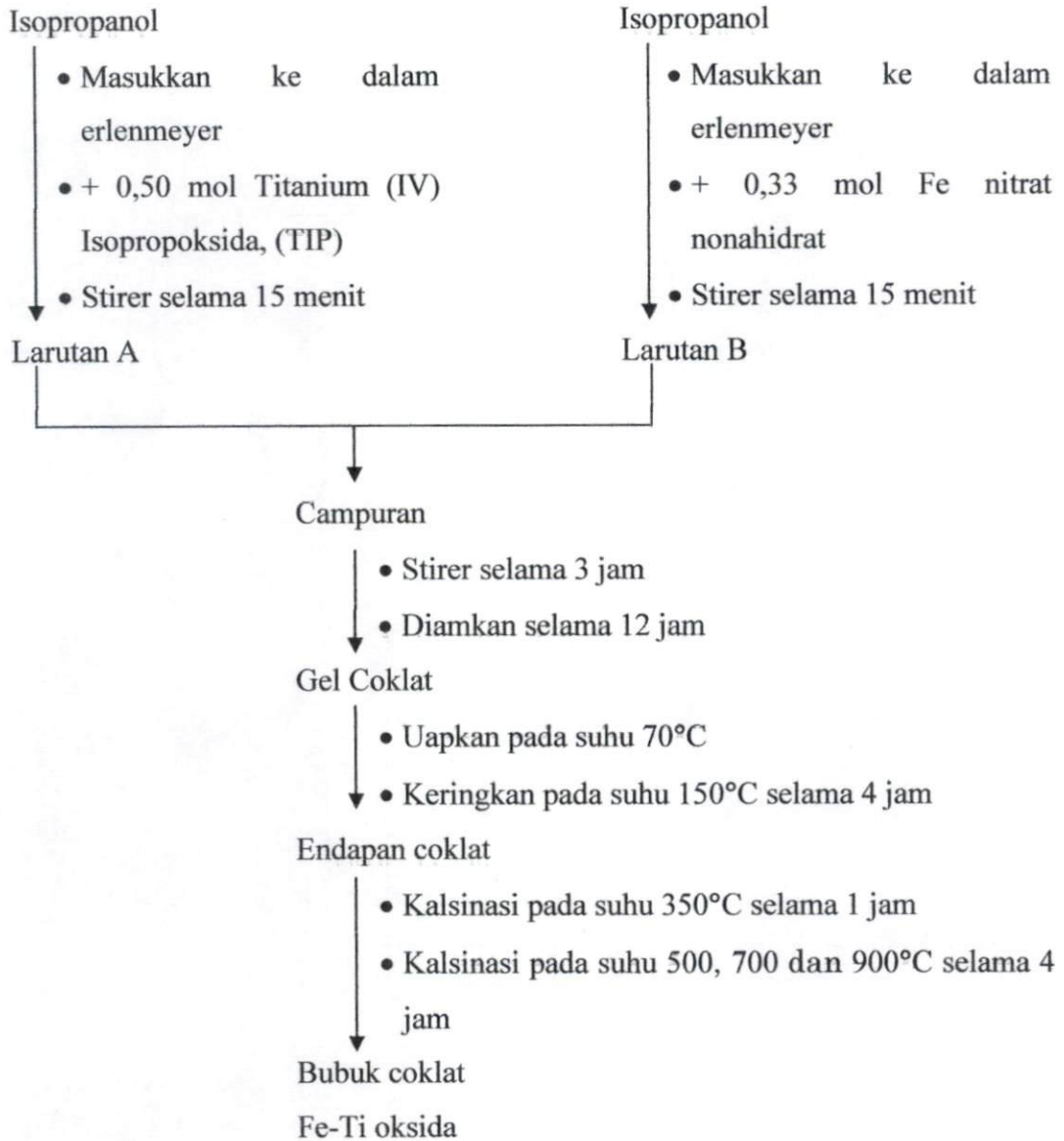
$$= \frac{3,33 \text{ g}}{1,68 \text{ g/mL}} = 1,984 \text{ mL}$$

b. Volume Isopropanol

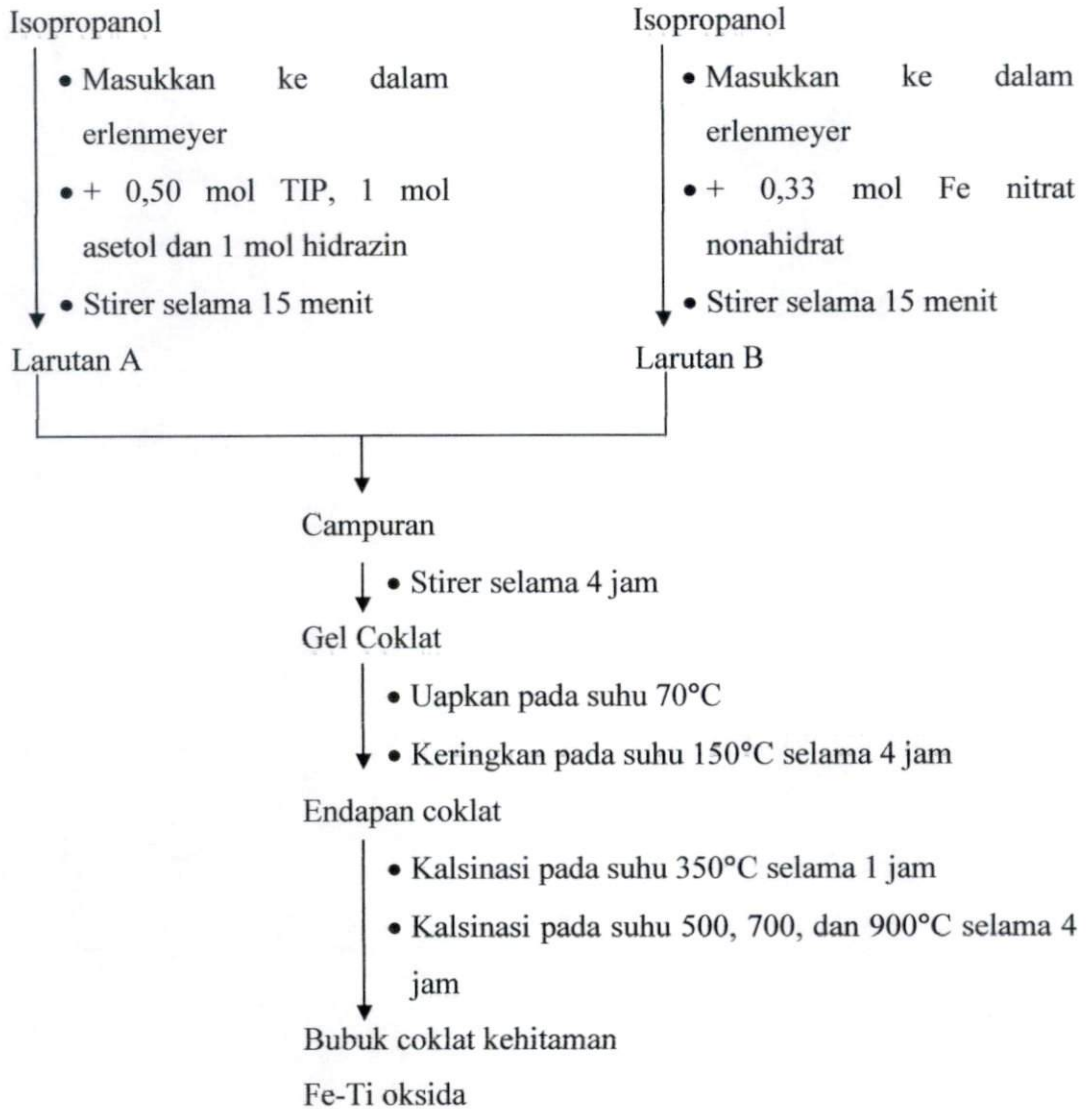
$$= 25 \text{ mL} - 1,984 \text{ mL}$$

$$= 23,016 \text{ mL}$$

**Lampiran 2. Skema Kerja Sintesis Nanopartikel Fe-Ti oksida tanpa Penambahan Aditif**



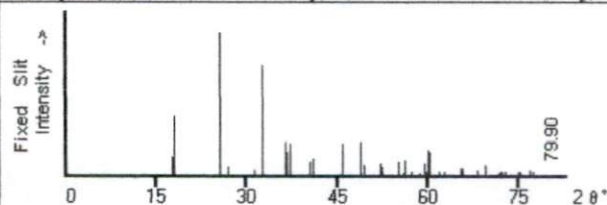
**Lampiran 3. Skema Kerja Sintesis Nanopartikel Fe-Ti oksida dengan Penambahan Aditif**



**Lampiran 4. Data JCPDS No. 41-1432**

41-1432	Quality: *
CAS Number: 1310-39-0	
Molecular Weight: 239.59	
Volume[CD]: 364.71	
Dx: 4.363	Dm: 4.390
Sys: Orthorhombic	
Lattice: End-centered	
S.G.: Bbmm (63)	
Cell Parameters:	
a 9.796	b 9.980 c 3.730
$\alpha$	$\beta$ $\gamma$
SS/FOM: F30=73{0114, 36}	
I/Cor:	
Rad: CuK $\alpha$	
Lambda: 1.54178	
Filter: Graph	
d-sp: diffractometer	
Mineral Name:	
Pseudobrookite, syn	

Fe<sub>2</sub>TiO<sub>5</sub>  
 Iron Titanium Oxide  
 Ref: Syvinski, W., Schulz, D., McCarthy, G., North Dakota State University, Fargo, ND,



2 $\theta$	Int-f	h	k	l	2 $\theta$	Int-f	h	k	l	2 $\theta$	Int-f	h	k	l
17.774	13	0	2	0	35.980	1	0	4	0	40.946	3	3	2	1
18.100	42	2	0	0	36.556	23	3	0	1	41.044	12	4	2	0
25.552	100	1	0	1	36.664	16	4	0	0	44.659	<1	1	4	1
27.069	6	1	1	1	37.359	22	1	3	1	45.910	14	3	3	1
31.285	4	1	2	1	37.700	1	3	1	1	45.991	22	4	3	0
32.535	77	2	3	0	40.562	10	2	4	0	48.811	23	0	0	2

Lampiran 5. Data JCPDS No. 21-1276

21-1276	Quality: *	TiO <sub>2</sub>
CAS Number:		Titanium Oxide
Molecular Weight: 79.90		Ref: Natl. Bur. Stand. (U.S.) Monogr. 25, 7, 83 (1969)
Volume[CD]: 62.43		
Dx: 4.250	Dm: 4.230	
Sys: Tetragonal		
Lattice: Primitive		
S.G.: P4 <sub>2</sub> /mm (136)		
Cell Parameters:		
a 4.593	b	c 2.959
$\alpha$	$\beta$	$\gamma$
SS/FOM: F30=107(,0088, 32)		
I/Cor: 3.40		
Rad: CuK $\alpha$ 1		
Lambda: 1.54056		
Filter:		
d-sp:		
Mineral Name:		
Rutile, syn		
Also called:		
titania		

2 $\theta$	Int-f	h	k	l	2 $\theta$	Int-f	h	k	l	2 $\theta$	Int-f	h	k	l
27.446	100	1	1	0	105.09	2	4	2	1					
36.085	50	1	0	1	106.01	2	1	0	3					
39.187	8	2	0	0	109.40	2	1	1	3					
41.225	25	1	1	1	116.22	4	4	0	2					
44.050	10	2	1	0	117.52	4	5	1	0					
54.322	60	2	1	1	120.05	8	2	1	3					
56.640	20	2	2	0	122.78	8	4	3	1					
62.740	10	0	0	2	123.65	8	3	3	2					
64.038	10	3	1	0	131.84	6	4	2	2					
65.478	2	2	2	1	136.54	8	3	0	3					
69.008	20	3	0	1	140.04	12	5	2	1					
69.788	12	1	1	2	143.10	2	4	4	0					
72.408	2	3	1	1	155.85	2	5	3	0					
74.409	1	[	3	2	0]									
76.508	4	2	0	2										
79.819	2	2	1	2										
82.333	6	3	2	1										
84.258	4	4	0	0										
87.461	2	4	1	0										
89.555	8	2	2	2										
90.705	4	3	3	0										
95.272	6	4	1	1										
96.014	6	3	1	2										
97.173	4	4	2	0										
98.511	<1	[	3	3	1]									

**Lampiran 6. Perhitungan ukuran Kristal pseudobrookite ( $\text{Fe}_2\text{TiO}_5$ ) dengan metode Scherrer**

Rumus Scherrer :

$$L = \frac{K \cdot \lambda}{\beta \cos \theta}$$

Dimana :

L = Ukuran kristal (nm)

K = Konstanta (0,89)

$\lambda$  = Panjang gelombang sinar-X untuk Cu  $K\alpha$  (0,15405 nm)

$\beta$  = FWHM (*Full Width at Half Maximum*) pada  $2\theta \times (\pi/180)$

$\theta$  = Sudut Bragg

- a. Ukuran kristal pseudobrookite pada suhu 700°C

$$L = \frac{0,89 \times 0,15405 \text{ nm}}{0,242 \times 3,14 \cos (25,52/2)} \\ 180$$

$$L = 33,09 \text{ nm}$$

- b. Ukuran kristal pseudobrookite pada suhu 700°C tanpa penambahan aditif

$$L = \frac{0,89 \times 0,15405 \text{ nm}}{0,267 \times 3,14 \cos (25,56/2)} \\ 180$$

$$L = 30,12 \text{ nm}$$

- c. Ukuran kristal pseudobrookite pada suhu 900°C

$$L = \frac{0,89 \times 0,15405 \text{ nm}}{0,227 \times 3,14 \cos (25,52/2)} \\ 180$$

$$L = 35,35 \text{ nm}$$

## Lampiran 7. Perhitungan ukuran kristal TiO<sub>2</sub> rutil dengan metode Scherrer

Rumus Scherrer :

$$L = \frac{K \cdot \lambda}{\beta \cos \theta}$$

Dimana :

L = Ukuran kristal (nm)

K = Konstanta (0,89)

$\lambda$  = Panjang gelombang sinar-X untuk Cu K $\alpha$  (0,15405 nm)

$\beta$  = FWHM (*Full Width at Half Maximum*) pada  $2\theta \times (\pi/180)$

$\theta$  = Sudut Bragg

- a. Ukuran kristal rutil pada suhu 700°C

$$L = \frac{0,89 \times 0,15405 \text{ nm}}{0,940 \times 3,14 \cos (27,42/2)} \\ 180$$

$$L = 20,18 \text{ nm}$$

- b. Ukuran kristal rutil pada suhu 700°C tanpa penambahan aditif

$$L = \frac{0,89 \times 0,15405 \text{ nm}}{0,408 \times 3,14 \cos (27,44/2)} \\ 180$$

$$L = 47,54 \text{ nm}$$

- c. Ukuran kristal rutil pada suhu 900°C

$$L = \frac{0,89 \times 0,15405 \text{ nm}}{0,189 \times 3,14 \cos (27,42/2)} \\ 180$$

$$L = 100,37 \text{ nm}$$