



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.

SINTESIS MANGAN OKSIDA MELALUI PROSES SOL - GEL DENGAN VARIASI PELARUT PROTIK

SKRIPSI



**NANDA SARIDEWI
02132074**

**JURUSAN KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS ANDALAS
PADANG 2006**

ABSTRAK

SINTESIS MANGAN OKSIDA MELALUI PROSES SOL – GEL DENGAN VARIASI PELARUT PROTIK

Oleh

Nanda Saridewi

Sarjana Sain (SSi) dalam bidang Kimia Fakultas MIPA Universitas Andalas
Dibimbing oleh : Dr. Syukri Arief dan Rahmayeni, MS

Penelitian untuk pembuatan mangan oksida melalui proses sol – gel telah dilakukan, dengan menggunakan mangan nitrat sebagai prekursor dan DEA sebagai aditif, serta memvariasikan pelarut – pelarut protik (air, metanol, etanol, isopropanol, dan butanol). Hasil uji pelarut didapatkan bahwa metanol merupakan pelarut yang lebih baik dibandingkan dengan pelarut – pelarut alkohol lainnya dalam melarutkan mangan nitrat untuk menghasilkan larutan yang stabil. Untuk mendapatkan powder, larutan dikeringkan dan dipanaskan. Pengerinan dilakukan pada suhu 110 – 120 °C dan dilanjutkan dengan pemanasan pada suhu 500 °C. Hasil yang diperoleh berupa powder berwarna hitam. Hasil ini dikarakterisasi dengan menggunakan difraksi sinar-X dan *Scanning Electron Microscopy*. Pola – pola difraksi sinar-X yang dihasilkan menunjukkan bahwa produk mangan oksida yang terbentuk adalah Mn_2O_3 dengan fasa ortorombik. Gambaran dari SEM memperlihatkan morfologi permukaan berupa bongkahan – bongkahan yang memiliki rongga (*hollow*) dengan ukuran rongga 0,1 – 1,8 μm .

ABSTRACT

SYNTHESIS OF MANGANESE OXIDES BY SOL-GEL PROCESS WITH VARIOUS PROTIC SOLVENTS

By

Nanda Saridewi

Bachelor of Science in Chemistry Faculty of Mathematic and Natural Science
University of Andalas
Advised by Dr. Syukri Arief and Rahmayeni, MS

Preparation of manganese oxides by sol – gel process has been investigated. Manganese nitrate, DEA, and various protic solvents (water, methanol, ethanol, isopropanol, and buthanol) as metallic source, additive, and solvent, respectively. The solvent identification obtained that methanol is better than other alcoholic solvents to produce the stable solution. The sample was dried at 110 – 120 °C and heated under air atmosphere at 500 °C. The product was the black powder. It was characterized by X-Ray Diffraction and Scanning Electron Microscopy. The XRD pattern showed that the product of manganese oxide was Mn_2O_3 in orthorhombic phase. SEM images showed that the morphology of surface was bulk with hollow size about 0,1 – 1,8 μm .

KATA PENGANTAR

Bismillahirrahmanirrahim,

Alhamdulillah wa syukurillah penulis ucapkan kehadiran Allah SWT, karena atas rahmat dan karunia-Nya penulis dapat menyelesaikan skripsi ini dengan judul, “ **Sintesis Mangan Oksida melalui Proses Sol-Gel dengan Variasi Pelarut Protik.**

Penyelesaian tugas akhir ini tidak terlepas dari bantuan berbagai pihak, oleh karena itu penulis menyampaikan terima kasih kepada :

1. Bapak Dr. Syukri Arief selaku pembimbing I yang telah membimbing dan menyumbangkan fikiran dan dukungan yang penuh kepada penulis sehingga dapat menyelesaikan skripsi ini dengan baik.
2. Ibu Rahmayeni, MS selaku pembimbing II yang telah memberikan bimbingan dan dukungan kepada penulis sehingga dapat menyelesaikan skripsi ini dengan baik.
3. Bapak Prof. Dr. H. Novesar Jamarun, MS yang telah memberikan bantuan dan dukungan.
4. Bapak Dr. Djaswir Darwis MS,DEA dan Hasnirwan, MS selaku ketua jurusan dan koordinator pendidikan yang telah memberikan bantuan dan dukungan demi kelancaran penulisan skripsi ini.
5. Bapak Dr. Hermansyah Azis selaku pembimbing akademik yang telah memberikan nasehat dan perhatian selama penulis dalam bimbingan beliau.
6. Berbagai pihak yang telah membantu demi kelancaran penulisan skripsi ini.

Dalam skripsi ini, penulis sadar bahwa masih terdapat kekurangan yang luput dari pantauan penulis. Oleh karena itu saran dan masukan yang bersifat konstruktif sangat penulis harapkan. Semoga skripsi ini bermanfaat bagi pembangunan bangsa. Amin.

Padang, Agustus 2006

Penulis

DAFTAR ISI

ABSTRAK	ii
ABSTRAC	iii
KATA PENGANTAR	iv
DAFTAR ISI	v
DAFTAR TABEL	vii
DAFTAR GAMBAR	viii
DAFTAR LAMPIRAN	ix
I PENDAHULUAN	
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Perumusan masalah	2
1.3 Tujuan Penelitian	3
II. TINJAUAN PUSTAKA	
2.1. Mangan Oksida	4
2.2. Mangan nitrat	6
2.3. DEA (dietanolamin)	6
2.4. Proses Sol-Gel	7
2.4.1. Defenisi Sol-Gel	7
2.4.2. Faktor – faktor yang mempengaruhi proses Sol-Gel	7
2.4.3. Kelebihan dan Kekurangan Proses Sol-Gel	10
2.5. Karakterisasi	11
2.5.1. XRD (X-Ray Diffraction)	11
2.5.2. SEM (Scanning Electron Microscopy)	12
III. METODOLOGI PENELITIAN	
2.1. Tempat dan waktu penelitian	13
2.2. Alat dan Bahan yang digunakan	13
2.3. Prosedur Kerja	13
2.4. Karakterisasi sampel	14

IV. HASIL DAN DISKUSI

4.1	Pembuatan mangan oksida	15
4.1.1.	Pembuatan larutan homogen	15
4.1.2.	Pengeringan dan pemanasan	18
4.2.	Karakterisasi	18
4.2.1.	Difraksi sinar-X	18
4.2.2.	SEM	21

V. KESIMPULAN DAN SARAN

5.1.	Kesimpulan	24
5.2.	Saran	24

DAFTAR PUSTAKA

25

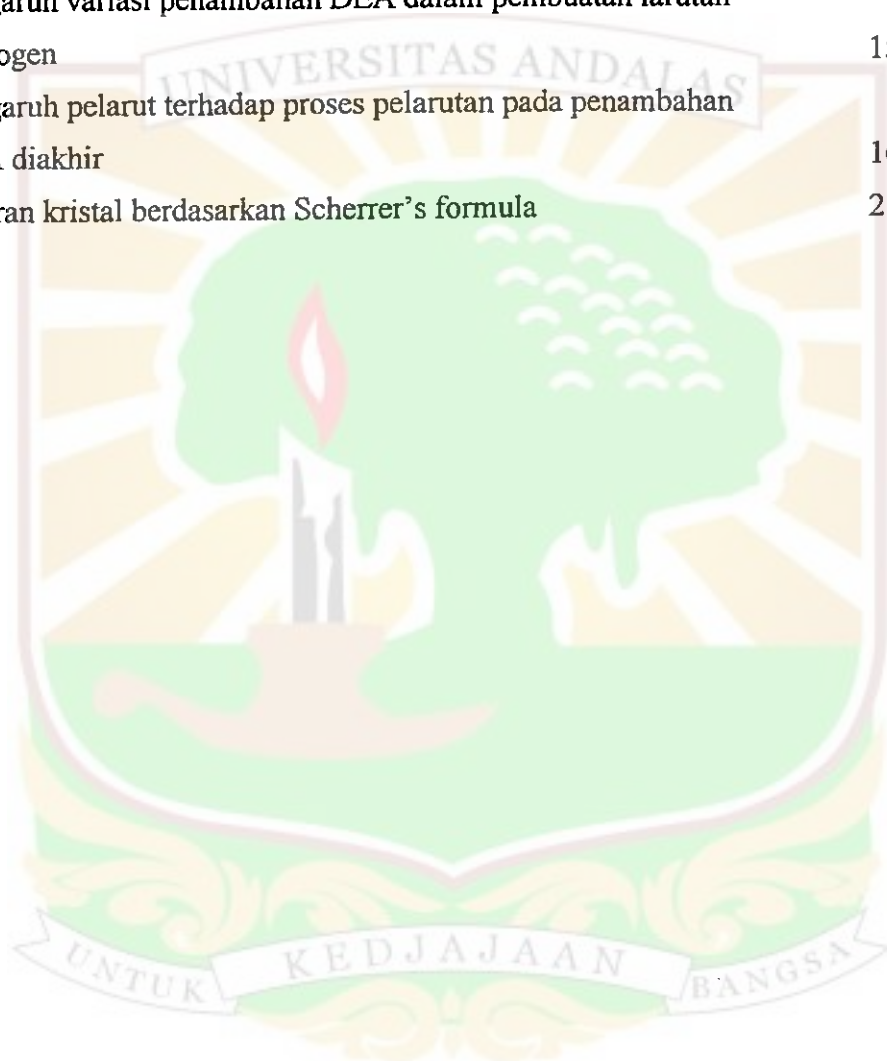
LAMPIRAN

27



DAFTAR TABEL

Tabel	Halaman
1. Mineral – mineral mangan oksida yang penting	5
2. Sifat – sifat fisik beberapa pelarut yang umum digunakan dalam proses sol-gel	9
3. Pengaruh variasi penambahan DEA dalam pembuatan larutan homogen	15
4. Pengaruh pelarut terhadap proses pelarutan pada penambahan DEA diakhir	16
5. Ukuran kristal berdasarkan Scherrer's formula	21



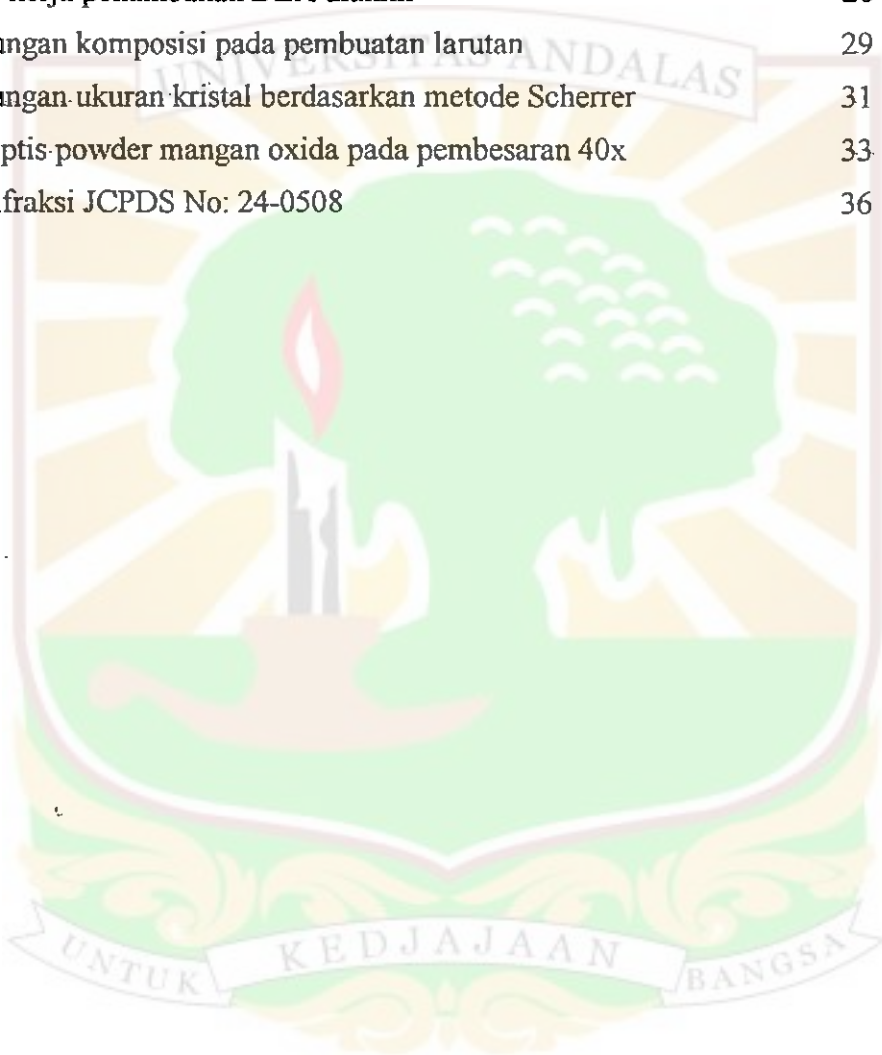
DAFTAR GAMBAR

Gambar	Halaman
1. Bagan proses sol-gel secara umum	10
2. Diagram alat difraksi sinar-X	12
3. Pola XRD powder mangan oksida dari metanol 0,25 M	19
4. Pola XRD powder mangan oksida dari endapan pada metanol 0,5 M	20
5. Pola XRD powder mangan oksida dari filtrat pada metanol 0,5 M	20
6a. SEM powder mangan oksida dari pelarut metanol 0,25 M, 500x	22
6b. SEM powder mangan oksida dari pelarut metanol 0,25 M, 2000x	22
6c. SEM powder mangan oksida dari pelarut metanol 0,25 M, 5000x	23
6d. SEM powder mangan oksida dari pelarut metanol 0,25 M, 10000x	23



DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran	Halaman
1. Skema kerja penambahan DEA diawal	27
2. Skema kerja penambahan DEA diakhir	28
3. Perhitungan komposisi pada pembuatan larutan	29
4. Perhitungan ukuran kristal berdasarkan metode Scherrer	31
5. Foto Optis powder mangan oxida pada pembesaran 40x	33
6. Pola difraksi JCPDS No: 24-0508	36



I. PENDAHULUAN

1.1. Latar Belakang

Pembuatan material mangan oksida merupakan kajian yang sangat berkembang saat ini. Ini bisa dilihat dari beberapa penelitian tentang material ini di beberapa jurnal.⁽¹⁻⁷⁾ Mangan memiliki beberapa senyawa oksida, yaitu Mn_2O_7 , MnO_2 , Mn_5O_8 , Mn_2O_3 , Mn_3O_4 , dan MnO . Namun oksida mangan yang dapat ditemukan secara alami dari mineral – mineral mangan hanyalah MnO_2 , Mn_2O_3 , Mn_3O_4 , dan MnO .⁸

Material mangan oksida memiliki aplikasi yang luas terutama dalam bidang teknologi. Sifat *cation – exchange* dan *molecule adsorptive* yang dimiliki oleh mangan oksida, dapat digunakan sebagai penukar ion, penukar molekul, dan katalis.¹ Polimorfi Mn_2O_3 merupakan katalis yang murah untuk karbon monoksida dan oksidasi polutan organik, serta dapat medekomposisi nitrogen oksida.⁶ Selain itu, MnO_2 juga dapat mengkatalisis hidrazin menjadi H_2 dan N_2 , dimana H_2 merupakan sumber energi bagi pesawat ruang angkasa. Sedangkan sebagai penukar ion, membran *nano-sieves* γ - MnO_2 telah digunakan sebagai reaktor membran dalam dehidrogenasi oksidatif dari sikloheksan.⁷

Mangan oksida juga memiliki sifat magnetik dan elektrokimia yang sangat bagus, sehingga dapat digunakan sebagai material pada baterai (*dry – cell battery*). Mn_2O_3 dan MnO_2 merupakan substrat dari material katoda pada baterai litium (Li-Mn- O). Sifat ini juga membuat mangan oksida dapat diaplikasikan sebagai material elektronik, seperti: magnet keramik, sumber ferrite, dan bahan semikonduktor.⁽¹⁻⁷⁾

Pembuatan material mangan oksida secara umum adalah melalui proses hidrotermal, *solid state*, *irradiation microwave*, dan *CVD (Chemical Vapor Deposition)*. Masing – masing metode ini memiliki kelebihan dan kekurangan. Sementara itu, metode pembuatan mangan oksida yang dikembangkan dalam penelitian ini adalah sol-gel. Proses ini merupakan suatu metode pembuatan bahan – bahan anorganik melalui reaksi – reaksi kimia dalam suatu larutan pada suhu relatif rendah. Metode ini merupakan suatu metode yang lebih sederhana

sederhana dan menghasilkan bahan dengan tingkat kemurnian dan kehomogenan yang tinggi.^{9,10} Secara kimia untuk menghasilkan produk dengan tingkat kemurnian yang tinggi dan homogen sangat tergantung pada kesempurnaan suatu reaksi.¹¹

Dalam penelitian ini, pelarut berfungsi melarutkan bahan dasar yang digunakan agar diperoleh bahan baru yang lebih homogen, untuk menghalangi pemisahan fasa cair – cair pada reaksi hidrolisis dan mengontrol waktu pembentukan gel, morfologi, dan ukuran partikel. Pelarut yang digunakan dalam penelitian ini adalah pelarut protik (air, metanol, etanol, isopropanol, dan butanol). Pelarut – pelarut ini mempunyai tekanan uap yang tinggi pada temperatur kamar sehingga dapat memudahkan terjadinya proses penguapan pelarut yang digunakan dalam reaksi.^{11,12}

Penelitian ini juga dilakukan dengan penambahan aditif. Penambahan ini bertujuan untuk mendapatkan larutan yang lebih stabil dalam larutan alkohol. Zat aditif yang digunakan dalam penelitian ini adalah DEA (dietanol amin). DEA dikenal sebagai zat aditif pada senyawa – senyawa alkoksida dan senyawa – senyawa asetat. Adanya gugus nitrogen dan hidroksil pada DEA akan berfungsi sebagai donor elektron.¹³

1.2. Perumusan masalah

Perumusan masalah dari penelitian ini adalah :

1. Mempelajari pembuatan mangan oksida melalui proses sol – gel, dimana proses ini belum pernah ditemui pada referensi – referensi sebelumnya.⁽¹⁻⁷⁾ Dengan proses yang lebih sederhana dibanding metoda – metoda sebelumnya, apakah mangan oksida dapat terbentuk?
2. Melihat apakah ada pengaruh dari variasi pelarut pada pembuatan larutan untuk mendapatkan mangan oksida melalui proses sol – gel?

1.3. Tujuan Penelitian

Tujuan dari penelitian ini adalah :

1. Memahami pembuatan material mangan oksida melalui proses sol – gel.
2. Mempelajari pengaruh pelarut – pelarut protik (air, metanol, etanol, isopropanol, dan butanol) dalam pembuatan larutan mangan oksida.
3. Mempelajari karakteristik sederhana dari mangan oksida yang didapatkan.



II. TINJAUAN PUSTAKA

2.1. Mangan Oksida

Mangan oksida telah digunakan beribu tahun yang lalu sebagai pigmen atau pewarna dan pembening kaca (*clarify glass*) dan sekarang ini digunakan sebagai katalis, sumber logam Mn dan material baterai. Lebih dari 30 mineral mangan oksida terdapat pada tempat geologi yang berlainan. Komponen utama dari mangan oksida banyak terdapat pada dasar laut dan dasar danau, tanah, batuan sedimen, lapisan batu bara, dan kerak bumi.

Mangan memiliki bilangan oksidasi mulai dari +2 sampai dengan +7. Oksida- oksida mangan terdiri dari Mn_2O_3 , MnO_2 , Mn_3O_4 , MnO , Mn_2O_7 , dan Mn_5O_8 . Namun yang ditemukan secara alami di alam adalah Mn_2O_3 , MnO_2 , Mn_3O_4 , dan MnO .⁸

2.1.1. Mangan (III) Oksida (Mn_2O_3)

Mn_2O_3 memiliki berat molekul 157,86 g/mol, density 4,89 g/mL, dan terdekomposisi pada suhu > 900 °C. Kristalnya berwarna hitam. Terdapat dalam modifikasi α - (rombik dan kubik) dan γ - tetragonal. Kegunaan utama dari Mn_2O_3 adalah pada material – material elektronik seperti magnet keramik dan semikonduktor. Selain itu, dapat juga digunakan sebagai material elektroda pada baterai Li-Mn-O.^{6,8}

2.1.2. Mangan (IV) Oksida (MnO_2)

Ada tiga bentuk polimorfi mineral dari MnO_2 yaitu pyrolusite, ramsdellite, dan nstutite. Pyrolusite adalah yang paling stabil diantara ketiga mineral tersebut. Ramsdellite adalah mineral yang jumlahnya sedikit dan biasanya didapat pada temperatur rendah dengan deposit hidrotermal. Nstutite merupakan material yang penting pada katoda untuk baterai sel kering.

Mangan dioksida merupakan senyawa berwarna dengan berat molekul 86,94 g/mol. Mangan dioksida memiliki struktur rutil dengan bentuk kristal tetragonal. Larut dalam air, nitrat, dan asam sulfat dingin. Tapi sedikit larut dalam HCl encer. Dengan adanya hidrogen peroksida atau asam oksalat maka dapat larut dalam larutan H_2SO_4 atau HNO_3 .^{2,5,8}

2.1.3. Mangan (II, III) Oksida (Mn₃O₄)

Mn₃O₄ memiliki berat molekul 228,79 g/mol, titik leleh 1562 °C, dan density 4,84 g/mL. Terdapat di alam sebagai hausmanite dan kristal tetragonal. Dihasilkan dari mangan oksida lain pada pemanasan 950 °C. Kemurnian yang tinggi dari Mn₃O₄ bisa juga dibuat dari suspensi air pada pemisahan logam mangan dengan oksidasi pada 30 – 100 °C dengan keberadaan garam ammonium. Mn₃O₄ biasa digunakan sebagai material semikonduktor dan magnet keramik.^{3,8}

2.1.4. Mangan (II) Oksida (MnO)

MnO memiliki berat molekul sebesar 70,94 g/mol, density 5,37 g/mL, dan titik leleh 1945 °C. Mudah larut dalam air dan asam. Terdapat di alam sebagai manganosite. Mangan monoksida sintetik dihasilkan dari reduksi mangan dioksida atau dengan dekomposisi termal dari Mn(II) Karbonat. Digunakan secara luas sebagai fertiliser, aditif pada makanan ternak, bahan keramik dan gelas yang digunakan untuk aplikasi elektronik, ferrite, dan termistor.⁸

Tabel 1. Mineral – mineral mangan oksida yang penting¹³

Mineral	Formula kimia
Pyrolusite	MnO ₂
Ramsdellite	MnO ₂
Nsutite	Mn(O,OH) ₂
Hollandite	Ba _x (Mn ⁴⁺ ,Mn ³⁺) ₈ O ₁₆
Cryptomelane	K _x (Mn ⁴⁺ ,Mn ³⁺) ₈ O ₁₆
Manjiroite	Na _x (Mn ⁴⁺ ,Mn ³⁺) ₈ O ₁₆
Coronadite	Pb _x (Mn ⁴⁺ ,Mn ³⁺) ₈ O ₁₆
Romanechite	Ba ₆₆ (Mn ⁴⁺ ,Mn ³⁺) ₅ O _{10.1,34} H ₂ O
Todorokite	(Ca,Na,K) _x (Mn ⁴⁺ ,Mn ³⁺) ₆ O _{12.3,5} H ₂ O
Lithiophorite	LiAl ₂ (Mn ⁴⁺ ,Mn ³⁺)O ₆ (OH) ₆
Chalcophanite	ZnMn ₃ O _{7.3} H ₂ O
Birnessite	(Na,Ca)Mn ₇ O _{14.2,8} H ₂ O
Vernadite	MnO ₂ .nH ₂ O
Manganite	MnOOH
Groutite	MnOOH

Feitknechtite	MnOOH
Housmanite	Mn ²⁺ Mn ₂ ³⁺ O ₄
Bixbyite	Mn ₂ O ₃
Pyrochoroite	Mn(OH) ₂
Manganosite	MnO

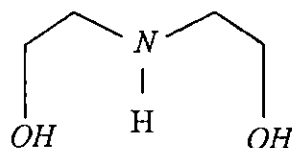
2.1. Mangan nitrat

Mangan nitrat tetrahidrat dengan rumus molekul Mn(NO₃)₂ · 4 H₂O memiliki berat molekul 245,08 g/mol. Mangan nitrat memiliki warna merah muda. Titik lelehnya 37,1 °C dan density 2,129 g/mL. Sangat larut dalam air dan alkohol. Terdekomposisi pada suhu > 140 °C. Dibuat dari reaksi antara asam nitrat dengan mangan karbonat atau dengan mereaksikan MnO₂ dengan oksida nitrit. Mangan nitrat merupakan komponen yang sangat penting dalam pembuatan mangan oksida dengan kemurnian yang tinggi dan juga digunakan untuk membuat pewarna pada industri keramik.⁸

2.3. DEA (dietanolamin)

DEA merupakan zat aditif. Keunikan dari senyawa ini adalah mempunyai gugus hidroksil dan nitrogen sebagai donor elektron. DEA merupakan turunan amoniak dimana dua atom hidrogennya diganti oleh gugus -CH₂-CH₂-OH. DEA mempunyai massa molekul relative sebesar 105,14 g/mol dan massa jenis sebesar 1,09 g/mL. Titik didih DEA adalah 217 °C. DEA dapat digunakan sebagai pengemulsi dan membantu pendispersian dalam berbagai reaksi kimia dalam bidang pertanian, kosmetik, dan farmasi meskipun DEA juga dapat meyebabkan iritasi pada kulit.¹⁴

Rumus molekul DEA adalah C₁₄H₁₁NO₂ dengan struktur sebagai berikut :



2.4. Proses Sol- Gel

2.4.1. Defenisi

Proses sol- gel merupakan proses kimia yang sederhana dan berkembang pesat saat ini yang kebanyakan digunakan dalam pembuatan bahan baru. Hal ini disebabkan karena kemampuannya menghasilkan bahan yang mempunyai sifat khusus jika dibandingkan dengan proses konvensional.¹⁵

Proses sol gel merupakan suatu proses kimia yang digunakan untuk pembentukan bahan – bahan anorganik melalui reaksi kimia dalam suatu larutan pada suhu rendah. Proses ini sering kali digunakan dibidang keramik, kontak lensa, komposit, polimer , dan fiber karena kemampuannya menghasilkan bahan yang halus, seragam, homogen, serta mempunyai kemurnian tinggi.^{15,16}

Judeinstein Sanches mendefenisikan proses sol gel sebagai suatu metode untuk penyebaran bahan anorganik dalam suatu larutan melalui pertumbuhan logam oksopolimer.¹⁷ Reaksi kimia dalam proses sol- gel melibatkan reaksi hidrolisis dan kondensasi untuk menghasilkan logam oksida.¹⁸ Proses sol-gel mempunyai dua metode yaitu metode alkoksida dan koloid. Metode alkoksida yaitu proses sol-gel dengan menggunakan logam alkoksida sebagai prekursor, sedangkan metode koloid yaitu proses sol-gel yang menggunakan prekursor selain alkoksida seperti nitrat, asetilasetat, dan klorida.¹⁷

2.4.2. Faktor – faktor yang mempengaruhi proses sol – gel

Dalam proses sol–gel ada beberapa faktor yang berpengaruh dalam menghasilkan produk yang diinginkan, yaitu :¹⁹

1. Prekursor

Persyaratan umum dari prekursor yang digunakan adalah harus dapat larut dalam media reaksi dan harus cukup reaktif dalam pembentukan gel. Perbedaan prekursor pada proses akan memberikan perbedaan yang jelas pada densitas, ukuran pori, dan luas permukaan gel.

2. Temperatur

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

3. Aditif

Penggunaan aditif yang tepat akan menghasilkan larutan yang stabil dan homogen. Aditif berfungsi untuk menstabilkan logam (*stabilization agent*). Aditif yang umum digunakan adalah asam – asam anorganik, seperti: HNO_3 , HCl , H_2SO_4 . Disamping itu ada beberapa asam organik yang digunakan, seperti : asam asetat (CH_3COOH) atau asam – asam karboksilat lainnya. Aditif sangat berpengaruh pada struktur mikrogel dan dapat mempercepat atau memperlambat pembentukan gel.

4. Pelarut

a. Tinjauan pelarut secara umum.

Penggolongan pelarut yang paling sederhana dan jelas adalah polaritas. Suatu penggolongan yang erat hubungannya dengan *Bronsted Lowry* tentang suatu asam adalah membedakan pelarut protik dan nonprotik yang berguna untuk merujuk pada suatu pelarut yang dapat menghasilkan proton tersolvasi oleh autoionisasi seperti air, asam hidroflorida, ammonia, dan alkohol.²⁰

Menurut Day, pelarut dapat dibagi atas empat jenis :

1. Pelarut asam seperti asam sulfat, asam hidroflorida, dan asam asetat yang cenderung kuat untuk memberikan proton.
2. Pelarut basa seperti ammonia, piridin, dan hidrazin.
3. Pelarut amfoter seperti air dan alkohol.
4. Pelarut aprotik seperti benzen dan CCl_4 .²¹

b. Pelarut dalam proses sol- gel

Pelarut digunakan untuk menghomogenkan campuran bahan dasar dan air, karena sifat kepolarannya berbeda. Klasifikasi pelarut yang dapat mempengaruhi proses hidrolisis dan kondensasi adalah polar atau nonpolar, protik, dan aprotik. Pelarut

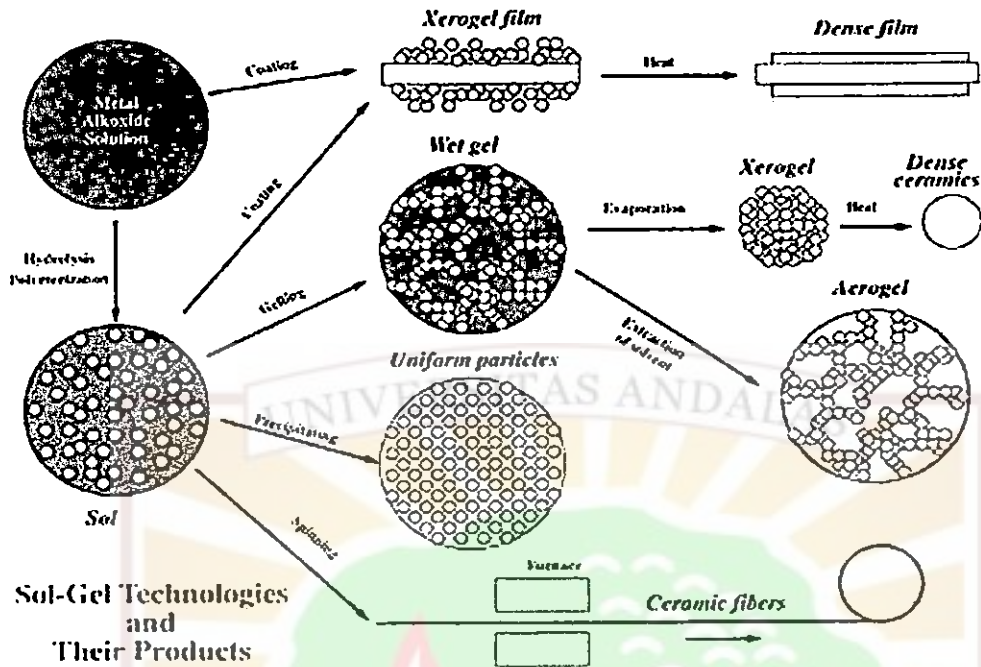
protik adalah pelarut yang dapat bertindak sebagai donor ikatan hidrogen.¹⁶ Pelarut yang umum digunakan pada proses sol-gel adalah pelarut – pelarut protik karena pelarut- pelarut tersebut mempunyai tekanan uap yang tinggi pada temperatur kamar sehingga memudahkan terjadinya proses penguapan pelarut pada proses sol – gel.¹¹

Tabel 2. Sifat – sifat fisik beberapa pelarut yang umum digunakan dalam proses sol – gel:

Pelarut	BM	TD	ρ	nD	η	μ
PROTIK						
Air (H ₂ O)	18,01	100	0,998	1,333	10,1	1,84
Metanol (CH ₃ OH)	32,04	64,5	0,791	1,329	4,0	1,70
Etanol(C ₂ H ₅ OH)	46,07	78,3	0,785	1,361	10,8	1,69
Propanol (C ₃ H ₇ OH)	60,01	97,32	0,8035	1,386	2,21	-
Butanol (C ₄ H ₉ OH)	74,13	117,7	0,7893	1,399	3,0	-
2-etoksietanol (C ₄ H ₁₀ O ₂)	90,12	135	0,93	1,408	-	2,08
Formamida (CH ₃ ON)	45,04	193	1,129	1,448	33,0	3,70
APROTIK						
Dimetilformamida (C ₃ H ₇ NO)	73,10	152	0,945	1,430	7,96	3,86
Dioksana 1,4 (C ₄ H ₈ O ₂)	88,12	102	1,034	1,422	10,87	-
Tetrahydrofuran (C ₄ H ₈ O)	72,12	66	0,889	1,405	-	1,63

Ket : BM (berat molekul), TD (titik didih), ρ (densitas, g/mL pada 20 °C), nD (indeks bias pada 20 °C), η (kekentalan), μ (momen dwikutub).

MILIK
UPT PERPUSTAKAAN
UNIVERSITAS ANDALAS



Gambar 1. Bagan proses sol-gel secara umum

2.4.3. Kelebihan dan kekurangan proses sol-gel²⁰

Kelebihan metode sol-gel dibanding metode konvensional adalah :

- Tingkat kehomogenan yang lebih tinggi.
- Kemurnian yang tinggi.
- Suhu yang digunakan relatif rendah.
- Tidak terjadi reaksi dengan senyawa sisa.
- Menghasilkan produk seperti film.

Meskipun memiliki kelebihan, proses sol-gel juga memiliki beberapa kelemahan, diantaranya :

- Memerlukan bahan mentah yang relatif mahal.
- Terjadi penyusutan yang besar dalam pemrosesaan.
- Terbentuk sisa hidroksil dan karbon.
- Menggunakan larutan organik yang berbahaya bagi kesehatan.
- Waktu pemrosesan lebih lama.
- Sukar untuk mendapatkan produk yang bebas dari pecahan pada waktu pengeringan.

2.5. Karakterisasi

2.5.1 XRD (*X-Ray Diffraction*)

Sinar X adalah gelombang elektromagnetik dengan panjang gelombang 0,5 – 2,0 Å. Sinar-X dihasilkan dari penembakan logam dengan elektron energi tinggi. Elektron itu mengalami perlambatan saat masuk ke dalam logam dan menyebabkan elektron pada kulit atom logam tersebut terpental membentuk kekosongan. Elektron dengan energi yang lebih tinggi masuk ke tempat kosong dengan memancarkan kelebihan energinya sebagai foton sinar-X.

Sinar-X akan menunjukkan gejala difraksi bila sinar tersebut jatuh pada jarak antar atomnya kira-kira sama dengan panjang gelombang sinar tersebut. Bila berkas elektron menjerami suatu kristal, maka sinar-X yang terbentuk akan dihamburkan. Panjang gelombang hamburan ini keluar dari seluruh atom dalam sampel dan interferensi dari radiasi hamburan yang berasal dari atom-atom yang berbeda menyebabkan intensitas berbeda.^{22,23}

Difraksi sinar-X (XRD) merupakan suatu metoda untuk melihat bentuk kristal zat padat. XRD dapat menentukan struktur kristal dengan mengukur selisih antar bidang dalam kristalnya. Dasarnya hukum Bragg dengan persamaan:

$$n\lambda = 2 d \sin \theta$$

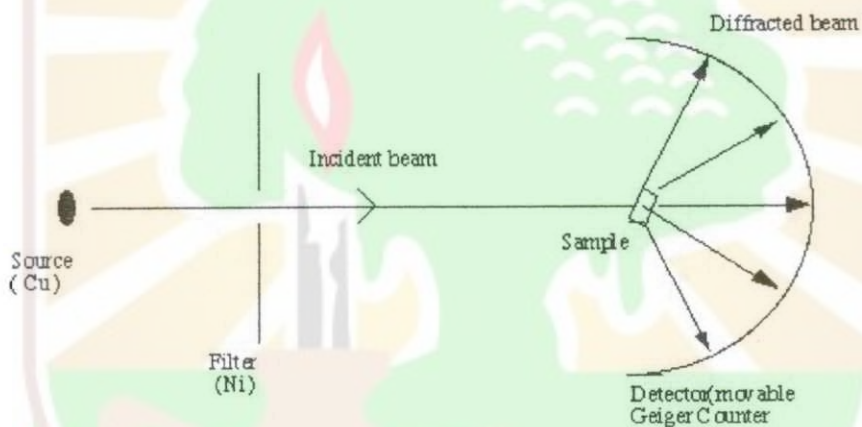
Dimana :

- n = bilangan bulat (1,2,3,...)
- λ = panjang gelombang sinar
- d = jarak antar bidang *Bragg* yang dipilih sebagai bidang quantum
- θ = sudut datang terhadap bidang *Bragg*

Persamaan ini memberikan hubungan jarak antara bidang dalam kristal dan sudut yang radiasi refleksinya menunjukkan intensitas maksimum untuk panjang gelombang tertentu. Sistem, bentuk, serta sel satuan dari kristal menentukan arah difraksi atau sudut θ dalam kristal.

Kegunaan difraksi sinar – X :²⁴

- a. Membedakan antara material yang bersifat kristal dengan amorf.
- b. Menentukan struktur kristal (sudut kristal, ukuran, dan bentuk kristal).
- c. Menentukan distribusi elektron didalam atom.
- d. Menentukan orientasi kristal tunggal.
- e. Menentukan tekstur material yang berupa bubuk.
- f. Mengidentifikasi fasa kristal.
- g. Mengukur limit kelarutan padatan dalam penentuan diagram fasa.
- h. Mengukur ukuran butiran – butiran material.
- i. Mengukur macam – macam keacakan dan penyimpangan kristal.
- j. Menentukan fungsi distribusi radial untuk padatan amorf dan cairan.



Gambar 2. Diagram alat difraksi sinar-X

2.5.2 SEM (*Scanning Electron Microscopy*)

SEM dilakukan dengan cara menembaki permukaan sampel dengan elektron. Sumber elektron difokuskan pada suatu noda kecil dengan diameter 50 – 100 Å pada permukaan sampel. Bentuk permukaan yang berbeda akan menghasilkan pantulan elektron yang berbeda pula. Elektron itulah yang akan membentuk gambar dari permukaan sampel yang kemudian diperlihatkan pada layar rekorder. Dengan SEM dapat dilihat mikrostruktur dan kehomogenan dari gel yang terbentuk. Keunggulannya adalah tingkat pembesaran yang sangat tinggi (300.000 kali).²⁵

III. METODOLOGI PENELITIAN

3.1. Tempat dan waktu penelitian

Penelitian ini dilakukan di Laboratorium Kimia Anorganik Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Andalas Padang pada bulan April sampai Juni 2006. Analisis XRD dilakukan pada Universitas Gifu, Jepang dan SEM pada Teknik Pertambangan ITB, Bandung.

3.2. Alat dan Bahan yang digunakan

Pada penelitian ini, alat yang digunakan berupa hot plate stirrer, magnetic stirrer, peralatan gelas, petridish, oven, furnace, Difraksi sinar-X (XRD), dan SEM. Sedangkan bahan-bahan yang dibutuhkan adalah air, metanol, etanol, isopropanol, dan butanol (p.a), Mangan nitrat ($\text{Mn}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$), dan zat aditif DEA (dietanol amin).

3.3. Prosedur Kerja

Pembuatan larutan homogen dilakukan pada dua kondisi yaitu : penambahan DEA diawal dan diakhir. Pada penambahan DEA diawal, 1 ml DEA ditambahkan kedalam 9 ml pelarut (air, metanol, etanol, isopropanol, dan butanol). Pengadukan dilakukan dengan stirer pada suhu kamar sampai DEA terlarut semuanya. 1,25 g mangan nitrat ($\text{Mn}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$) ditambahkan kedalamnya sambil terus diaduk, pengadukan dilanjutkan selama 24 jam pada suhu kamar sampai terbentuk larutan homogen. Sedangkan untuk penambahan DEA diakhir, 1,25 g mangan nitrat ($\text{Mn}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$) ditambahkan kedalam 9 ml pelarut. Pengadukan dilakukan selama ± 1 jam. 1 ml DEA ditambahkan kedalamnya, kemudian pengadukan dilanjutkan selama 24 jam pada suhu kamar sampai terbentuk larutan homogen.

Pengeringan dilakukan dalam oven pada suhu 110 -120 °C selama beberapa jam. Pemanasan ini bertujuan untuk menguapkan pelarutnya. Sampel yang telah kering dipanaskan dalam furnace pada suhu 500 °C selama ± 1 jam. Waktu pemanasan 1 jam dihitung setelah suhu mencapai 500 °C. Pengeluaran

produk dari furnace dilakukan 3 jam setelah penurunan suhu kembali ke kondisi kamar.

3.4. Karakterisasi sampel

Analisis XRD dilakukan pada Universitas Gifu, Jepang. Powder yang didapatkan diukur dengan menggunakan monokromator grafit radiasi Cu K α . Dengan analisis XRD dapat diketahui derajat kristalinitas, ukuran, dan refleksi kristal serta derajat orientasinya. Sedangkan analisis SEM dilakukan pada Teknik Pertambangan ITB, Bandung. Karakterisasi dilakukan dengan cara menembaki permukaan sampel dengan elektron. Dengan analisis ini dapat diketahui morfologi permukaan sampel.



IV. HASIL DAN DISKUSI

4.1. Pembuatan mangan oksida

4.1.1. Pembuatan larutan homogen

Pembuatan mangan oksida pada penelitian ini dilakukan melalui proses sol - gel, menggunakan mangan nitrat sebagai prekursor. Untuk mendapatkan larutan yang lebih stabil dalam larutan alkohol biasanya ditambahkan zat aditif. Penambahan DEA dilakukan pada dua kondisi, yaitu: penambahan diawal dan diakhir. Dengan variasi ini, dapat ditentukan kapan penambahan aditif yang paling bagus untuk menghasilkan produk secara optimal. Hasil yang diperoleh dengan variasi penambahan DEA ini diberikan oleh Tabel 3.

Tabel 3. Pengaruh variasi penambahan DEA dalam pembuatan larutan homogen.

No	Pelarut	[] Larutan	Penambahan DEA	Pengadukan larutan	Pengamatan secara visual setelah 24 jam
1.	Air	0,5 M	Diawal	Homogen	Endapan coklat muda, filtrat jernih, ada kilapan
		0,5 M	Diakhir	Homogen	Endapan coklat tua, ada kilapan
2.	Metanol	0,5 M	Diawal	Homogen	Endapan coklat, filtrat kehitaman
		0,5 M	Diakhir	Homogen	Endapan hitam, filtrat kehitaman
3.	Etanol	0,5 M	Diawal	Homogen	Endapan coklat, filtrat kehitaman
		0,5 M	Diakhir	Homogen	Endapan hitam, filtrat kehitaman

4.	Isopropanol	0,5 M	Diawal	Homogen	Endapan merah manggis, filtrat jernih (pengendapan terjadi setelah 24 jam)
		0,5 M	Diakhir	Homogen	Endapan merah manggis, filtrat jernih (pengendapan setelah 48 jam)
5.	Butanol	0,5 M	Diawal	Tidak homogen	Terjadi penggumpalan
		0,5 M	Diakhir	Homogen	Endapan coklat muda, filtrat transparan

Dari Tabel 3 terlihat bahwa terdapat sedikit perbedaan ketika penambahan DEA diawal dan diakhir. Penambahan DEA diakhir memberikan hasil yang lebih optimal dibandingkan dengan penambahan DEA diawal. Ketika mangan nitrat dilarutkan dengan pelarut maka ikatan antara mangan dan nitrat menjadi lemah sehingga jika DEA ditambahkan maka reaksi antara mangan dan DEA lebih mudah dan reaksi lebih cepat berlangsung.

Tabel 4. Pengaruh pelarut terhadap proses pelarutan pada penambahan DEA diakhir.

No.	Pelarut	[] Larutan	Waktu pelarutan	Pengamatan secara visual setelah 24 jam
1.	Air	0,5 M	1 menit	Terbentuk endapan coklat muda dengan sedikit kilapan, filtrat transparan
2.	Metanol	0,5 M	1 menit	Terbentuk endapan hitam, filtrat kehitaman
3.	Metanol	0,25 M	1 menit	Larutan hitam
4.	Etanol	0,5 M	3 menit	Terbentuk endapan hitam, filtrat kehitaman
5.	Etanol	0,25 M	3 menit	Terbentuk endapan hitam, filtrat kehitaman

6.	Isopropanol	0,5 M	5 menit	Terbentuk endapan merah manggis, filtrat jernih
7.	Butanol	0,5 M	7 menit	Terjadi penggumpalan

Pengaruh pelarut terhadap proses pelarutan pada penambahan DEA diakhir juga dilakukan dalam penelitian ini (Tabel 4). Kepolaran alkohol semakin berkurang dengan bertambahnya rantai karbon dari alkohol sehingga juga mengurangi kemampuan alkohol untuk melarutkan mangan nitrat. Ini diperlihatkan dengan semakin lamanya waktu yang dibutuhkan oleh alkohol untuk melarutkan mangan nitrat ketika rantai karbonnya meningkat.

Kelarutan mangan nitrat sangat baik dengan air dan metanol. Kedua pelarut ini memiliki kelarutan yang sebanding, namun bila dilarutkan dengan air, menghasilkan endapan dengan sedikit kilapan. Kilapan ini mirip dengan kilapan dari logam, namun hal ini tidak diteliti secara lebih rinci dalam penelitian ini.

Menurut referensi yang ada ⁽⁸⁾, umumnya mangan oksida (Mn_2O_3 , MnO_2 , dan Mn_3O_4) memiliki warna hitam. Untuk itu, target utama dari penelitian ini adalah menghasilkan larutan yang bewarna hitam. Larutan dengan pelarut metanol dan etanol dibuat pada dua konsentrasi, yaitu: 0,5 dan 0,25 M. Larutan dari pelarut metanol pada konsentrasi 0,5 M menghasilkan endapan hitam dan filtrat kehitaman setelah didiamkan 24 jam. Sedangkan larutan dari pelarut metanol pada konsentrasi 0,25 M menghasilkan larutan hitam yang stabil. Dengan memperkecil konsentrasi ternyata metanol dapat menghasilkan larutan hitam yang stabil, namun hal ini tidak berlaku pada pelarut etanol. Pada konsentrasi 0,25 M, etanol masih menghasilkan endapan hitam dengan filtrat kehitaman. Untuk itu, larutan yang dibuat dengan pelarut metanol pada konsentrasi 0,25 M perlu diteliti lebih lanjut dalam penelitian ini.

Larutan dengan pelarut isopropanol pada konsentrasi 0,5 M menghasilkan endapan merah manggis dengan filtrat jernih, sedangkan larutan yang dibuat dengan pelarut butanol pada konsentrasi 0,5 M menghasilkan gumpalan. Kedua hal ini tidak diteliti secara lebih lanjut dalam penelitian ini.

4.1.2. Pengeringan dan pemanasan

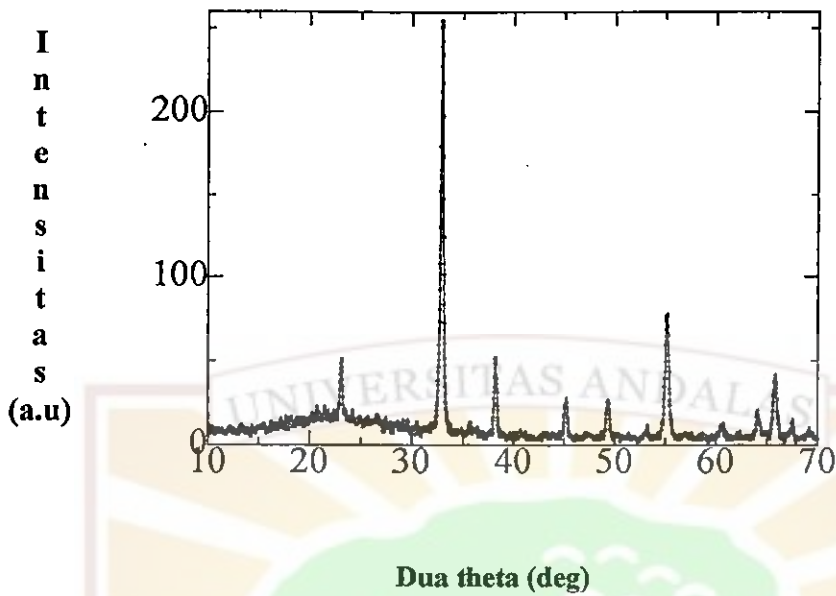
Larutan prekursor dipanaskan dalam oven pada temperatur 110 -120 °C selama beberapa jam. Pemanasan ini bertujuan untuk menguapkan pelarutnya. Setelah dioven diperoleh powder kering yang mengendap pada dasar cawan. Powder yang telah kering, dipanaskan pada temperatur 500 °C selama 1 jam. Pemanasan pada temperatur ini menghasilkan powder mangan oksida yang berwarna hitam.

4.2. Karakterisasi

4.2.1. X – Ray Diffraction (XRD)

Analisis XRD digunakan untuk mengetahui susunan atom – atom dalam suatu material kristalin sehingga akan diketahui struktur, orientasi, dan ukuran kristal.²⁴ Gambar 3 menunjukkan pola difraksi sinar-X dari powder mangan oksida yang dibuat dari pelarut metanol dengan konsentrasi 0,25 M pada pemanasan 500 °C. Puncak yang tajam dengan intensitas yang tinggi terdapat pada sudut $2\theta = 32,9^\circ$, dengan merujuk kepada JCPDS No: 24-0508 maka nilai hklnya adalah (2 2 2). Hal ini juga didukung oleh puncak – puncak pada sudut $2\theta = 23,1; 38,2; 55,2;$ dan $65,7^\circ$. Sesuai dengan data pada JCPDS No: 24-0508 ini, maka produk yang terbentuk adalah Mn_2O_3 dengan fasa ortorombik. Dari puncak – puncak ini tidak terlihat puncak – puncak lain selain dari Mn_2O_3 .

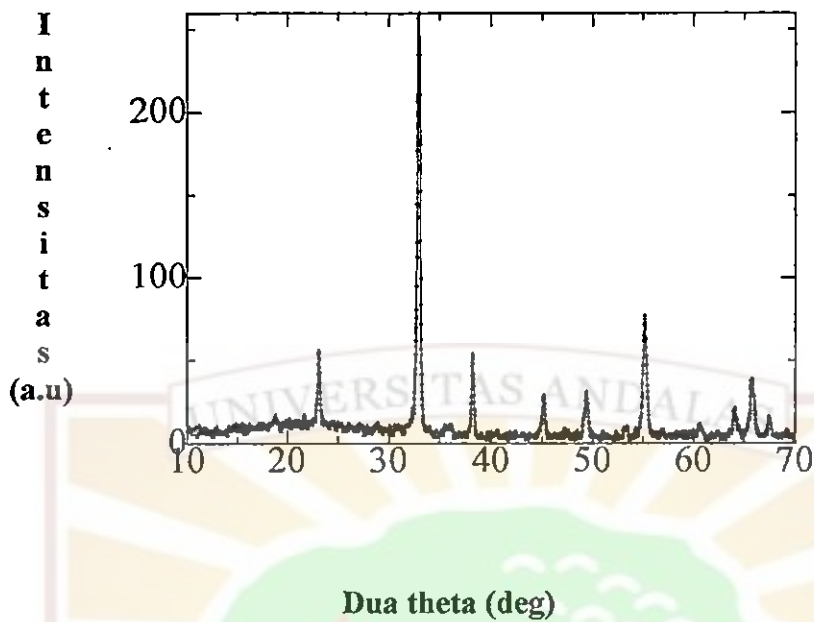
Pola difraksi sinar-X dapat juga memberikan informasi mengenai ukuran kristal. Dengan menggunakan metoda Scherrer, puncak yang tajam dengan lebar puncak yang sempit menandakan bahwa ukuran kristal besar, sedangkan puncak yang mengalami pelebaran menandakan ukuran kristal kecil. Dengan mengukur FWHM (*Full Width at Half Maximum*) dari puncak dengan refleksi tertinggi (Gambar 3), diperoleh ukuran kristalnya sebesar 27 nm (lihat Tabel 5, perhitungan pada Lampiran 4).



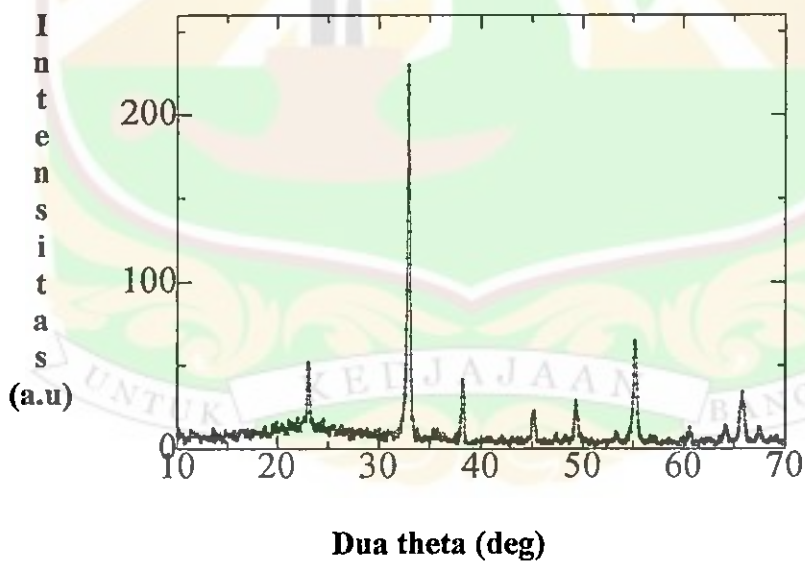
Gambar 3. Pola XRD dari powder mangan oksida yang dibuat dari pelarut metanol dengan konsentrasi 0,25 M pada pemanasan 500 °C

Dalam mempelajari pengaruh terbentuknya endapan dalam penelitian ini maka perlu dilakukan karakterisasi XRD terhadap endapan dan filtrat yang terbentuk. Walaupun penambahan DEA diakhir lebih baik dibandingkan dengan penambahan DEA diawal, namun perbedaan kondisi ini hanya mempengaruhi kecepatan reaksi pembentukan. Dengan demikian, perlu juga dilakukan karakterisasi terhadap larutan pada penambahan DEA diawal untuk mengetahui apakah mangan oksida masih terbentuk. Untuk itu, karakterisasi terhadap endapan dan filtrat ini hanya dilakukan pada larutan yang dibuat dengan pelarut metanol pada konsentrasi 0,5 M dengan kondisi penambahan DEA diawal.

Gambar 4 memperlihatkan pola difraksi sinar-X dari powder mangan oksida yang berasal dari endapan yang terbentuk ketika mangan diperlakukan dengan kondisi penambahan DEA diawal pada pelarut metanol 0,5 M. Gambar ini memperlihatkan pola yang sama dengan Gambar 3. Puncak yang tajam dengan intensitas yang tinggi juga terdapat pada sudut $2\theta = 32,9^\circ$ dengan nilai hkl (2 2 2). Puncak ini juga didukung oleh puncak – puncak dengan sudut $2\theta = 23,1; 38,2; 55,1; \text{ dan } 66,3^\circ$. Hal ini juga menunjukkan bahwa produk yang didapatkan adalah Mn_2O_3 dengan fasa ortorombik (JCPDS-240508). Dengan cara yang sama, maka diperoleh ukuran kristalnya sebesar 28 nm (lihat Tabel 5).



Gambar 4. Pola XRD dari powder mangan oksida yang berasal dari endapan pada pelarut metanol 0,5 M dengan pemanasan 500 °C.



Gambar 5. Pola XRD dari powder mangan oksida yang berasal dari filtrat metanol 0,5 M dengan pemanasan 500 °C.

Gambar 5 memperlihatkan pola difraksi sinar-X dari powder mangan oksida yang berasal dari filtrat metanol 0,5 M pada kondisi penambahan DEA diawal dengan pemanasan 500 °C. Pola ini juga mirip dengan Gambar 3 dan 4. Puncak yang tajam dengan intensitas yang tinggi juga terdapat pada sudut $2\theta = 32,9^\circ$ dan nilai hkl (2 2 2). Ini juga didukung oleh puncak – puncak pada sudut $2\theta = 23,0; 38,1; 55,1; \text{ dan } 65,7^\circ$. Hal ini juga menunjukkan bahwa produk yang dihasilkan masih berupa Mn_2O_3 dengan fasa ortorombik (JCPDS-240508), dengan ukuran kristal 33 nm (lihat Tabel 5). Dari pola difraksi pada Gambar 4 dan 5, dapat dicatat bahwa terbentuknya endapan dan filtrat, serta pada kondisi penambahan DEA diawal tetap menghasilkan Mn_2O_3 .

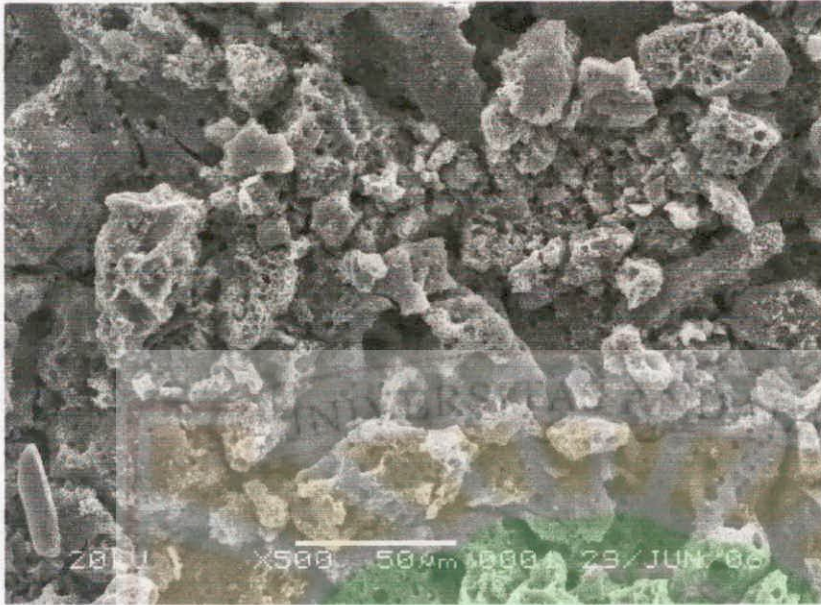
Tabel 5. Ukuran kristal Mn_2O_3 berdasarkan Scherrer's Formula

Gambar	$2\theta(^{\circ})$	FWHM ($^{\circ}$)	Ukuran kristal / L(nm)
(1)	32,9	0.30	27
(2)	32,9	0.29	28
(3)	32,9	0.25	33

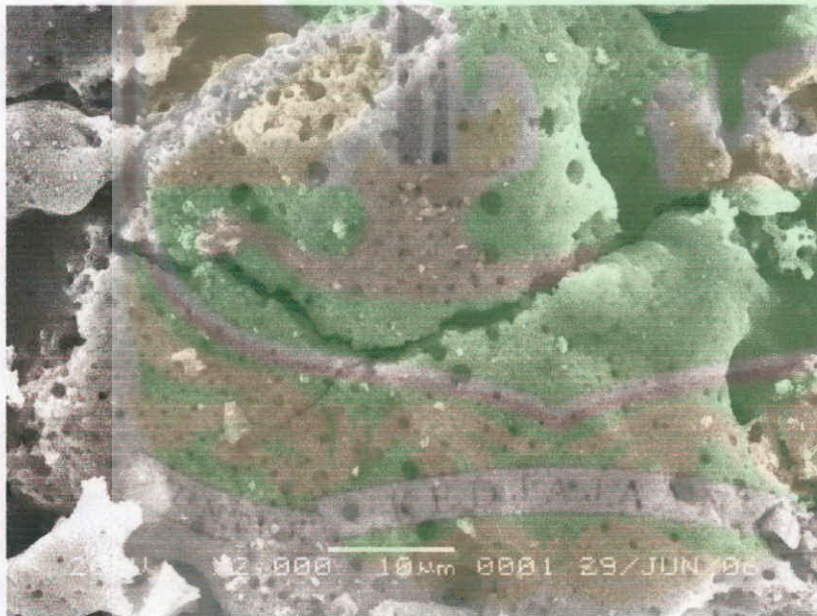
4.2.2. SEM (*Scanning Electron Microscopy*).

SEM merupakan analisis yang digunakan untuk mengkarakterisasi morfologi permukaan sampel. Karakterisasi dilakukan dengan cara menembaki permukaan sampel dengan elektron.²⁵

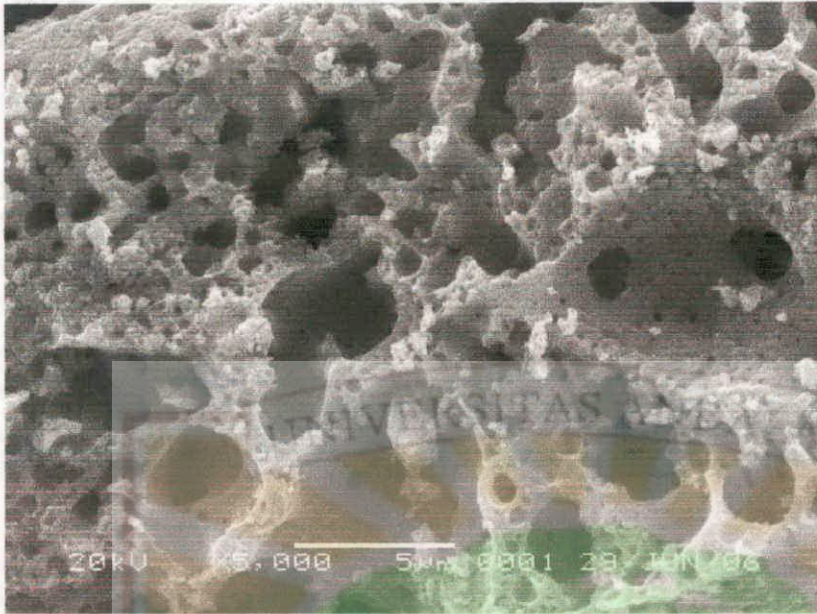
Secara umum, gambaran SEM dari powder mangan oksida ini memperlihatkan bentuk morfologi berupa bongkahan – bongkahan dengan ukuran 2,5 - 80 μm (gambar 6a, b, dan c). Sampel dengan pembesaran 10.000x memiliki bentuk morfologi berupa hollow (rongga) dengan ukuran rongga sekitar 0,1 – 1,8 μm (Gambar 6d). Hal ini sangat menguntungkan sekali bagi aplikasinya, yakni sebagai katalis dan absorben yang baik.



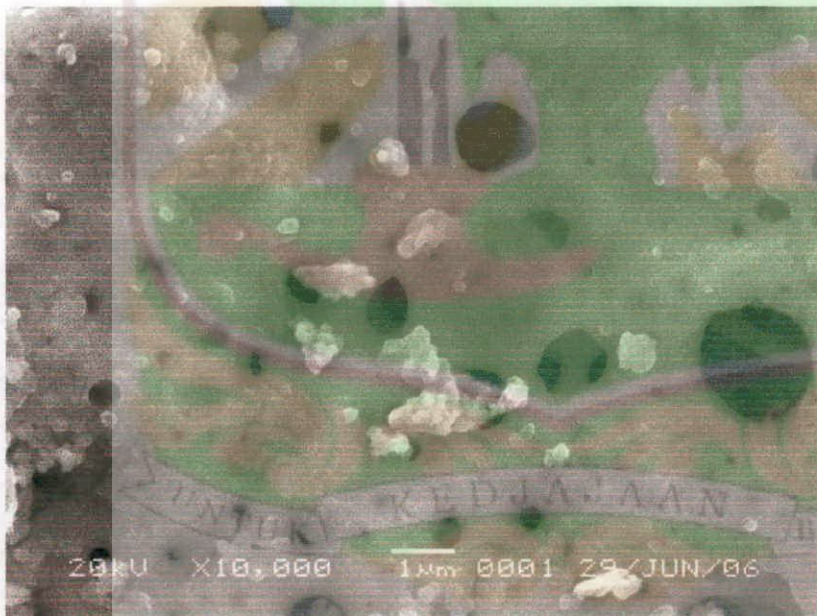
Gambar 6a. SEM powder mangan oksida dari pelarut metanol 0,25 M dengan pembesaran 500x



Gambar 6b. SEM powder mangan oksida dari pelarut metanol 0,25 M dengan pembesaran 2000x



Gambar 6c. SEM powder mangan oksida dari pelarut metanol 0,25 M dengan pembesaran 5000x



Gambar 6d. SEM powder mangan oksida dari pelarut metanol 0,25 M dengan pembesaran 10.000x

V. KESIMPULAN DAN SARAN

5.1. Kesimpulan

Dari hasil yang telah diperoleh, maka dapat diambil beberapa kesimpulan :

1. Metanol merupakan pelarut yang lebih baik dibandingkan dengan pelarut – pelarut alkohol lainnya dalam melarutkan mangan nitrat untuk menghasilkan larutan yang stabil.
2. Penambahan DEA diawal dan diakhir tidak memberikan perbedaan yang berarti dengan statistik, hanya mempengaruhi kecepatan reaksi pembentukan. Namun kondisi penambahan DEA diakhir merupakan perlakuan yang paling efisien untuk menghasilkan produk yang diinginkan secara optimal.
3. Produk mangan oksida yang dihasilkan pada proses ini hanya Mn_2O_3 dengan fasa ortorombik.
4. Hasil SEM memperlihatkan bentuk morfologi berupa bongkahan dengan ukuran 2,5 – 80 μm , bongkahan ini memiliki rongga dengan ukuran 0,1 – 1,8 μm .

5.2. Saran.

Bagi peneliti selanjutnya, maka disarankan :

1. Mempelajari pengaruh pelarut lain untuk membuat material mangan oksida dengan efisien.
2. Mempelajari aktifitas katalitik dari produk mangan oksida yang dihasilkan.

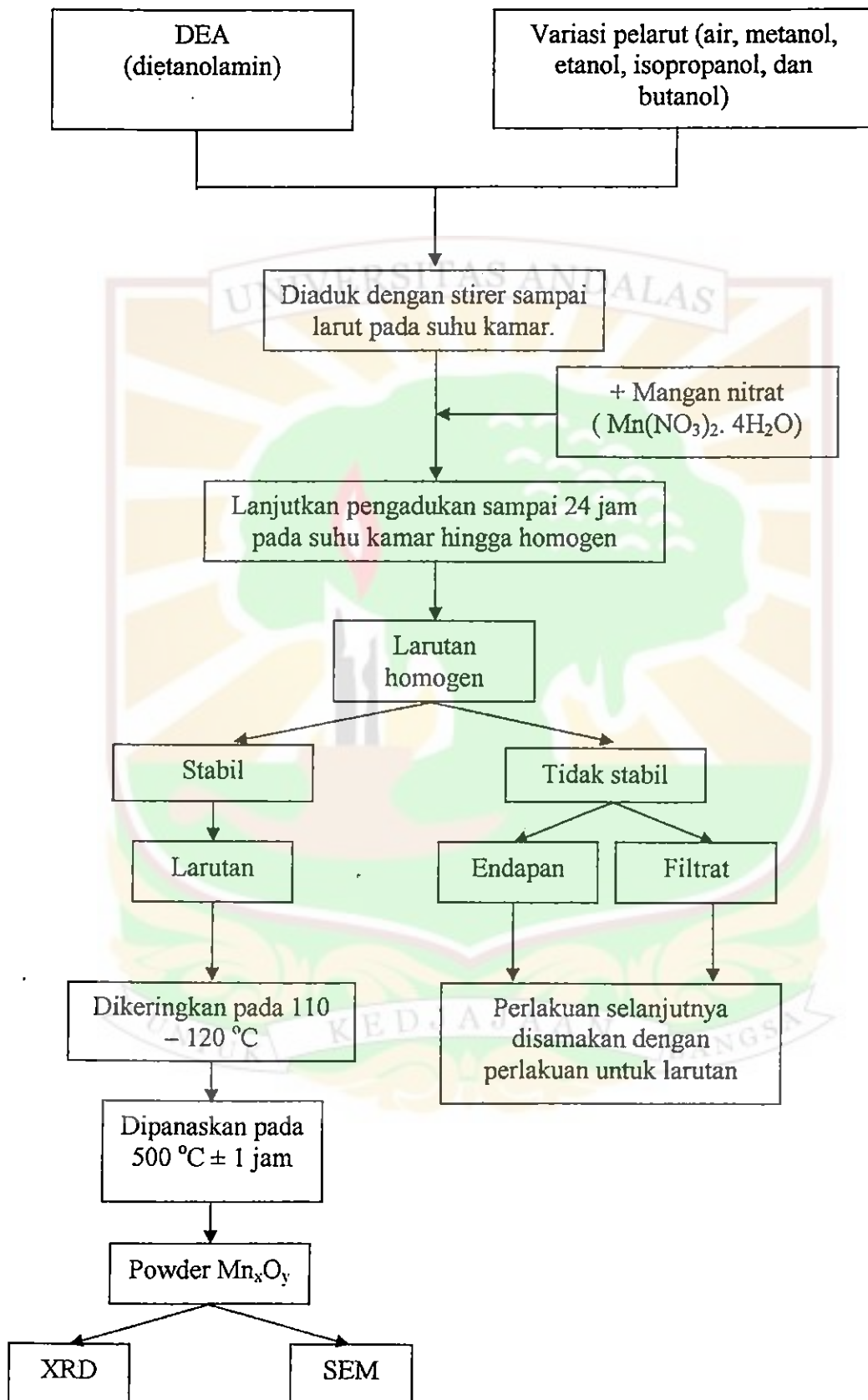
DAFTAR PUSTAKA

1. Q. Feng, H. Kanoh, and K. Ooi, Manganese Oxide Porous Crystals, *J. Mater. Chem.*, 1999, **9**, pp.319-333.
2. D. Zheng, S. Sun, H. Yu, C. Fan, G. Cao, Z. Yin, and X. Song. One-Step Preparation of Single-Crystalline β - MnO_2 Nanotubes, *J. Phys. Chem B.*, 2005, **109**, pp.16439.
3. S.K. Apte, S.D. Naik, R.S. Sonawane, B.B. Kale, N. Pavaskar, A.B. Mandale, B.K. Das, Nanosize Mn_3O_4 (Housmanite) by Microwave Irradiation Method. *Materials Research Bulletin*, 2006, **41**, pp.647-654.
4. G. Xi, Y. Peng, Y. Zhu, L. Xu, W. Zhang, W. Yu, and Y. Qian, Preparation of β - MnO_2 Nanorods through a γ - MnOOH Precursor Route, *Materials Research Bulletin*, 2004, **39**, pp.1641-1648.
5. R. Patrice, L. Dupont, L. Aldon, J.-C. Jumas, E. Wang, and J.-M. Tarascon, Structural and Electrochemical Propertis of Newly Shinthesized Fe-Substituted MnO_2 Samples, *J. Chem. Mater.*, 2004, **16**, pp.2772-2775.
6. Z.-Y. Yuan, T.-Z. Ren, G. Du, and B.-L. Su, A Facil Preparation of Single-Crystalline α - Mn_2O_3 Nanorods by Ammonia-Hydrothermal Treatment of MnO_2 , *Chemical Physics Letters*, 2004, **389**, pp.83-86.
7. L. Zhao and R. Wang, γ - MnO_2 Nano-Sieve Membrane: Preparation, Characterization and Reaction Studies, *Applied Surface Science*, 2004, **236**, pp.217-222.
8. Ullmans, *Encyclopedia of Industrial Chemistry*, Vol A.16, Cambridge, New York, USA, 1987, pp.124-131.
9. C.J. Brinker and G.W. Schrener, *Sol – Gel Science the Physics and Chemistry of Sol – Gel Processing*, Academic Press, New York, 1996, pp.908-113.
10. H. Schmidt, Chemistry of Material Preparation by the Sol-Gel Process, *J.Non Cryst Solids*, 1998, **100**, pp.51-64.
11. N. Jamarun dan Y. Yusuf, *Pengenalan Teknologi Sol – Gel, Wawasan Keilmuwan ntuk Meningkatkan Kualitas dan Pembangunan Bangsa Indonesia*, In *Prosiding Seminar*, PPI-USM, Pulau Pinang Malaysia, 1997, pp.221-229.
12. S. Arief, *Penggunaan Senyawa Hidrazon dan Turunannya untuk Memodifikasi M. Alkoksida (M = Ti, Zn) dalam Proses Sol – Gel*, Fussi Edisi Khusus, 2000, **6**, pp.68.
13. J.E. Post, *Manganese Oxide Mineral: Crystal Structures and Economic aand environmental significance*, Proc. Natl. Acad.Sci, USA, 96, pp. 3447-3454.
14. Ullmans, *Encyclopedia of Industrial Chemistry*, Vol A.10, Cambridge, New York, USA, 1987, pp.3-6.
15. Sakka, The Curent State of Sol-Gel technology, *J. of Sol-Gel Science and Technology*, 1994, pp.3, 69-81.

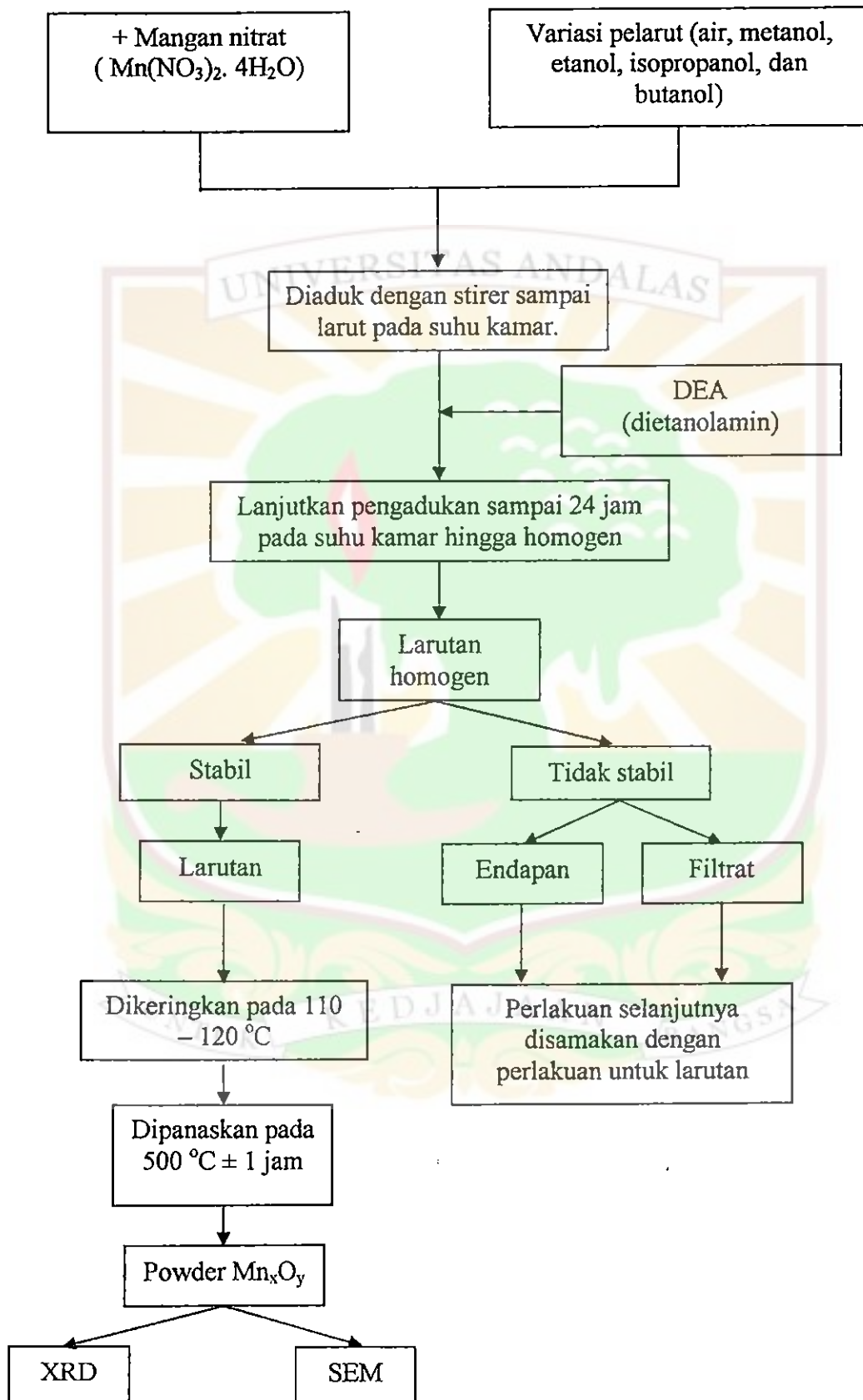
16. Fessenden and Fessenden, *Kimia Organik*, Edisi 3, Jilid I, Terjemahan Alysius Hadyana Pudjatmaka, Erlangga, Jakarta, 1982, pp. 259-261.
17. J. Wenzel, Trends in Sol-Gel Processing: Toward 2004, *J. Non Cryst Solids*, 1985, **73**, pp.693-699.
18. N. Jamarun, *Process Sol-Gel*, FMIPA, Universitas Andalas, Padang, 2000, pp. 1-40.
19. J.D. Maackenzie and D.R. Ulrich, *Ultrastructure Processing of Advanced Ceramics*, Willey, New York, 1984, pp. 15-17.
20. Cotton and Wilkinson, *Kimia Anorganik Dasar I*, Penerbit Universitas Indonesia, Jakarta, 1989, pp. 445-446,187.
21. M.C. Day, and J. Joelselbin, *Kimia Anorganik Teori*, Terjemahan Drs. Wisnu Susetyo, Universitas Gajah Mada Press, Yogyakarta, 1987, pp. 723-726.
22. K.M. Mackay, R.A. Mackay, and W. Handerson, *Introduction to Modren Inorganic Chemistry*. 6 th Edition, Neson Thomas Ltd, London, 2000.
23. J.P. Sibilialia, *A Guide to Materials Characterization and Chemical Analysis I*, 2 nd ed, Wiley-VCH, USA, 1996, pp.143-174.
24. M.T. Weller, *Inorganic Materials Chemistry*, Oxford University Press, Tokyo, 1994, pp.15-25
25. A.R. West, *Solid State Chemistry and Its Applications*, Jhon Willey and Sons Ltd, New York, 1988, pp.65-75.



Lampiran 1. Skema kerja pada perlakuan penambahan DEA diawal.



Lampiran 2. Skema kerja pada perlakuan penambahan DEA diakhir.



Lampiran 3. Perhitungan komposisi yang dibutuhkan dalam pembuatan larutan

Prekursor = Mangan nitrat ($\text{Mn}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$).

Pelarut = Air, metanol, etanol, isopropanol, dan butanol.

Aditif = DEA (dietanol amin).

Diketahui :

1. BM $\text{Mn}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O} = 251,01 \text{ g/mol}$

2. $\rho \text{Mn}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4 \text{H}_2\text{O} = 2,129 \text{ g/ml}$.

3. BM DEA = 105,14 g/mol

4. $\rho \text{DEA} = 1,09 \text{ g/ml}$.

a. Konsentrasi 0,5 M dalam 10 ml larutan.

✓ Mangan nitrat yang terpakai :

$$0,5 M = \frac{g}{251,01 \text{ g/mol}} \times \frac{1000}{10 \text{ ml}}$$

$$g = 0,5 \text{ mol/L} \times 251,01 \text{ g/mol} \times \frac{10 \text{ ml}}{1000}$$
$$= 1,25 \text{ g}$$

✓ Volume DEA yang terpakai :

$$\text{ml} = \frac{1,0 \text{ mol/L} \times 105,14 \text{ g/mol}}{1,09 \text{ g/ml}} \times \frac{10 \text{ ml}}{1000}$$
$$= 1 \text{ ml}$$

✓ Volume pelarut = 10 – 1 ml = 9 ml

b. Konsentrasi 0,25 M dalam 10 ml larutan.

✓ Mangan nitrat yang terpakai :

$$0,25 M = \frac{g}{251,01 \text{ g/mol}} \times \frac{1000}{10 \text{ ml}}$$

$$g = 0,25 \text{ mol/L} \times 251,01 \text{ g/mol} \times \frac{10 \text{ ml}}{1000}$$
$$= 0,625 \text{ g}$$

✓ Volume DEA yang terpakai :

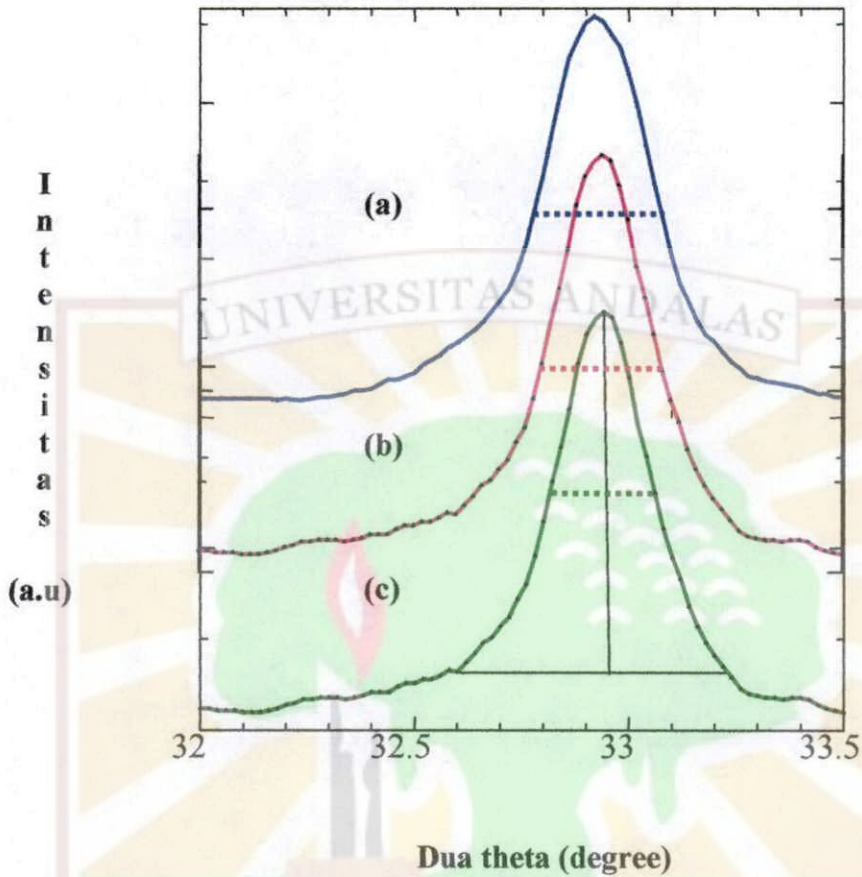
$$ml = \frac{0.5 \text{ mol/L} \times 105,14 \text{ g/mol}}{1,09 \text{ g/ml}} \times \frac{10 \text{ ml}}{1000}$$

$$= 0.5 \text{ ml}$$

✓ Volume pelarut = $10 - 0.5 \text{ ml} = 9,5 \text{ ml}$



Lampiran 4. Perhitungan ukuran kristal dengan metode Scherrer.



Spektrum XRD powder Mn_2O_3 dari metanol 0,25 M pada $2\theta = 32,9^\circ$ (a), Mn_2O_3 dari endapan metanol 0,5 M (b), dan Mn_2O_3 dari filtrat metanol 0,5 M (c).

Scherrer's Formula :

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

Dimana :

L = Ukuran kristal (nm)

K = Konstanta (0,89)

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

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

=

θ = Sudut Bragg

1. Ukuran kristal Mn_2O_3 (a)

$$L = \frac{0.15405 \times 0.89}{(0.30 \times 3.14 / 180) \times \cos(32.9/2)} = 27 \text{ nm}$$

2. Ukuran kristal Mn_2O_3 (b)

$$L = \frac{0.15405 \times 0.89}{(0.29 \times 3.14 / 180) \times \cos(32.9/2)} = 28 \text{ nm}$$

3. Ukuran kristal Mn_2O_3 (c)

$$L = \frac{0.15405 \times 0.89}{(0.25 \times 3.14 / 180) \times \cos(32.9/2)} = 33 \text{ nm}$$



Lampiran 5. Foto optis mangan oksida pada pembesaran 40x

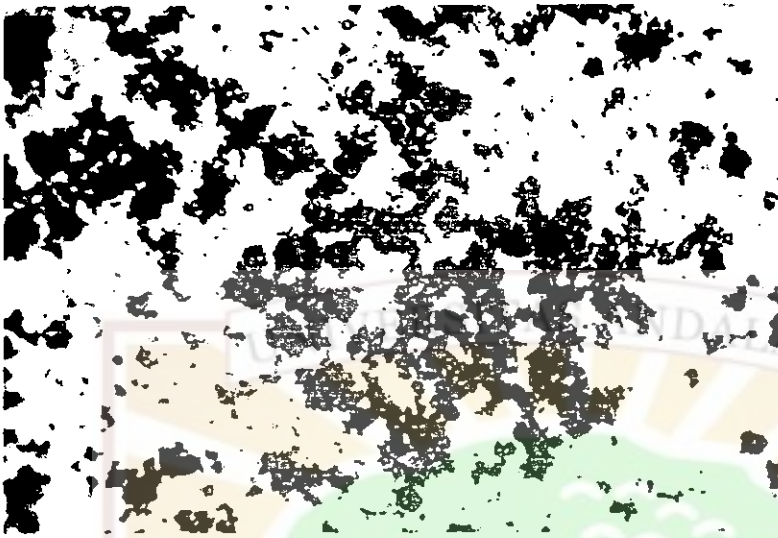


Foto optis powder mangan oksida dari pelarut metanol 0,5 M pada kondisi DEA diakhir

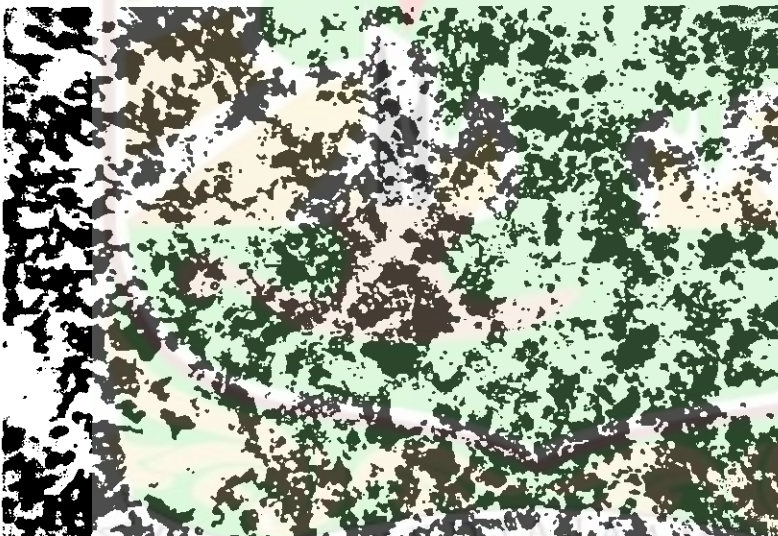


Foto optis powder mangan oksida dari pelarut metanol 0,25 M

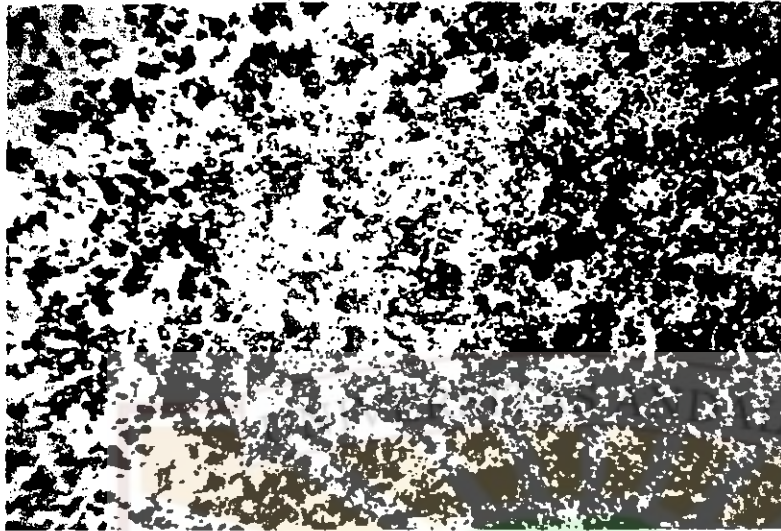


Foto optis powder mangan oksida dari pelarut etanol 0,5 M pada kondisi DEA diakhir

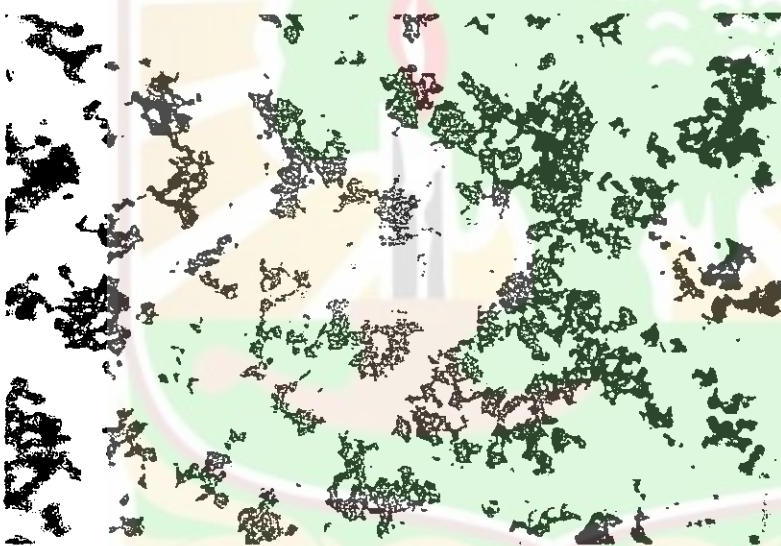


Foto optis dari powder mangan oksida dari pelarut etanol 0,5 M pada kondisi DEA diawal

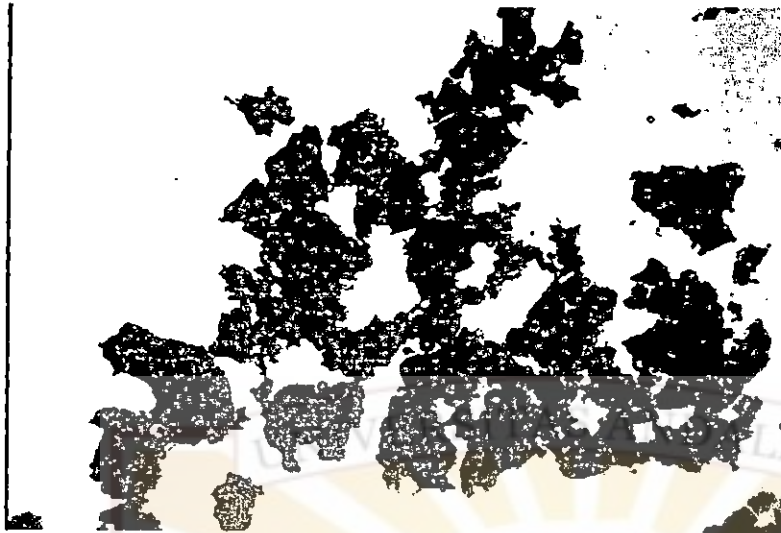


Foto optis dari powder mangan oksida dari endapan pada pelarut metanol 0,5 pada kondisi DEA diawal

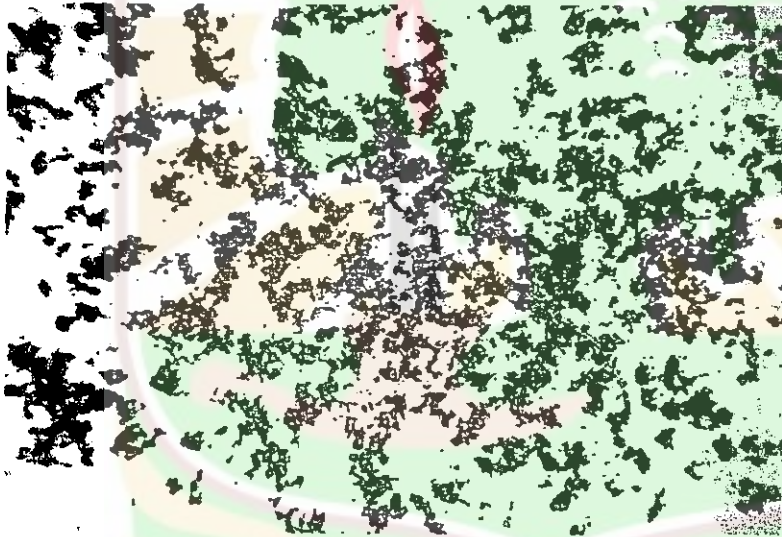
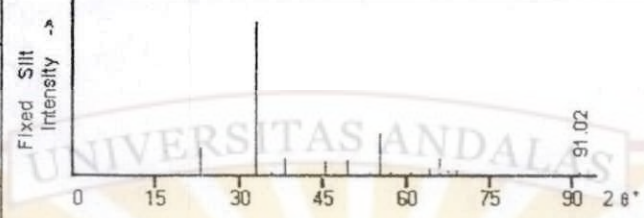


Foto optis dari powder mangan oksida dari filtrat pada pelarut metanol 0,5 M pada kondisi DEA diawal

Lampiran 6. Data JCPDS No : 24-0508

24-0508 Quality: C
 CAS Number:
 Molecular Weight: 157.87
 Volume[CD]: 834.56
 Dx: 5.026 Dm: 4.960
 Sys: Orthorhombic
 Lattice: Primitive
 S.G.: Pcab (61)
 Cell Parameters:
 a 9.416 b 9.423 c 9.405
 α β γ
 SS/FDM: F30=23(0047,284)
 I/cor:
 Rad: CuKα1
 Lambda: 1.54056
 Filter:
 d-sp: calculated
 Mineral Name:
 Bidbyte-O, syn
 Also called:
 partridgeite

Mn2O3
 Manganese Oxide
 Ref: Natl. Bur. Stand. (U.S.) Monogr. 25, 11, 95 (1973)



2θ	Int-f	h	k	l	2θ	Int-f	h	k	l	2θ	Int-f	h	k	l
18.841	1	2	0	0	57.000	2	3	3	4	80.221	<1	7	2	3
23.119	18	2	1	1	58.821	<1	4	2	4	81.738	1	8	0	0
23.420	<1	1	2	2	60.580	2	5	2	3	81.882	1	0	0	8
32.920	100	2	2	2	62.318	<1	6	0	2	83.296	1	5	5	4
35.659	2	3	1	2	64.058	4	1	4	5	83.401	1	4	1	7
38.200	11	4	0	0	65.722	11	6	2	2	84.840	<1	8	2	0
40.620	<1	4	1	1	67.399	3	6	3	1	84.959	<1	2	0	8
42.921	<1	4	0	2	69.060	3	4	4	4	86.404	1	3	5	6
45.141	9	3	2	3	70.697	<1	5	3	4	87.916	<1	8	2	2
47.279	1	2	2	4	72.337	<1	6	0	4	88.016	<1	2	2	8
49.319	10	4	1	3	73.901	1	7	2	1	89.461	<1	8	1	3
53.240	2	5	2	1	73.982	1	1	2	7	91.017	2	2	6	6
55.139	27	0	4	4	75.478	<1	2	6	4					

UNTUK KEDJAJAAN BANGSA

MILIK
 LIPT PERPUSTAKAAN
 UNIVERSITAS ANDALAS