

Sains Teknologi dan Rekayasa

LAPORAN PENELITIAN DOSEN MADYA



PENGARUH PREKURSOR PADA SINTESIS DAN KARAKTERISASI  
NANOKRISTAL NiO MELALUI PROSES SOL-GEL

Oleh:

Sherly Kasuma Warda Ningsih, S.Si, M.Si (NIDN 9014098402)

Miftahul Khair, S.Si, M.Sc (NIDN 0021097702)

Penelitian ini dibiayai oleh:

DIPA Universitas Negeri Padang sesuai dengan Surat Perjanjian Penelitian  
Skema Penelitian Dosen Madya melalui PNBPFakultas Matematika dan Ilmu  
Pengetahuan Alam DIPA UNP Tahun Anggaran 2014  
Nomor: 2752.e/UN35.1.1/KP/2014 tanggal 22 September 2014

JURUSAN KIMIA  
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM  
UNIVERSITAS NEGERI PADANG  
NOVEMBER. 2014

Sains Teknologi dan Rekayasa

PERPUSTAKAAN UNIV. NEGERI PADANG  
TELAH TERDAFTAR

LAPORAN PENELITIAN DOSEN Madya

PENGARUH PREKURSOR PADA SINTESIS  
DAN KARAKTERISASI NANOKRISTAL

PENGARANG: SHERLY KUSUMA WARDA NINGSIH, DKK.

JENIS : LAPORAN PENELITIAN

NOMOR : 246/UN35.1.1/PK/KI/2015

TANGGAL : 30 SEPTEMBER 2014



KEPALA

Drs. YUNALDI, M.Si  
NIP. 19601114 198602 1 001

**PENGARUH PREKURSOR PADA SINTESIS DAN KARAKTERISASI  
NANOKRISTAL NiO MELALUI PROSES SOL-GEL**

Oleh:

Sherly Kasuma Warda Ningsih, S.Si, M.Si (NIDN 0014098402)

Miftahul Khair, S.Si, M.Sc (NIDN 0021097702)

Penelitian ini dibiayai oleh:

DIPA Universitas Negeri Padang sesuai dengan Surat Perjanjian Penelitian  
Skema Penelitian Dosen Madya melalui PNBPFakultas Matematika dan Ilmu  
Pengetahuan Alam DIPA UNP Tahun Anggaran 2014  
Nomor: 2752.e/UN35.1.1/KP/2014 tanggal 22 September 2014

**JURUSAN KIMIA  
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM  
UNIVERSITAS NEGERI PADANG  
NOVEMBER, 2014**



**HALAMAN PENGESAHAN  
LAPORAN HASIL PENELITIAN DOSEN MADYA**

1. Judul Penelitian : Pengaruh Prekursor Pada Sintesis dan Karakterisasi Nanokristal NiO Melalui Proses Sol-Gel
2. Bidang Penelitian : Sains Teknologi dan Rekayasa
3. Ketua Peneliti
- a. Nama Lengkap : Sherly Kasuma Warda Ningsih, S.Si, M.Si
  - b. Jenis Kelamin : Perempuan
  - c. NIP : 19840914 2008 12 2 004
  - d. Disiplin Ilmu : MIPA
  - e. Pangkat/Golongan : Penata/ III c
  - f. Jabatan : Lektor
  - g. Fakultas/Jurusan : FMIPA/ Kimia
  - h. Alamat : Jl. Prof. Dr. Hamka, Air Tawar Barat Padang
  - i. Telpon/Faks/E-mail : (0751) 7057420
  - j. Alamat Rumah : Jl. Ampera No.3 Cengkeh, Lubuk Begalung
  - k. Telpon/Faks/E-mail : 081363166768/ [sherly\\_kasuma@yahoo.com](mailto:sherly_kasuma@yahoo.com)
4. Jumlah Anggota Peneliti : 1
- Nama Anggota & NIDN : 1. Miftahul Khair, S.Si, M.Sc & 0021097702
- NIM & Mahasiswa yang terlibat : 1. (1101530) Silvia Veronita  
2. (12869) Elli Warni
5. Lokasi Penelitian : Laboratorium Kimia Anorganik FMIPA UNP
- Jumlah Biaya Penelitian : Rp. 10.000.000,-

Terbilang: Sepuluh juta Rupiah

Padang, 27 November 2014

Ketua Peneliti

Sherly Kasuma Warda N, S.Si, M.Si  
NIP. 19840914 2008 12 2 004

Diketahui oleh  
Dekan FMIPA UNP

Prof. Dr. H. Lufri, M.S  
NIP. 19610510 1987 03 1 020

Menyetujui,  
Ketua Lembaga Penelitian  
Universitas Negeri Padang

Dr. Alwen Bentri, M.Pd  
NIP. 19610722 198602 1 002

## PENGANTAR

Kegiatan penelitian dapat mendukung pengembangan ilmu pengetahuan serta terapannya. Dalam hal ini, Lembaga Penelitian Universitas Negeri Padang berusaha mendorong dosen untuk melakukan penelitian sebagai bagian internal dari kegiatan Tri Dharma Perguruan Tinggi, baik yang secara langsung dibiayai dengan dana Universitas Negeri Padang, BOPTN maupun dari sumber lain yang relevan atau bekerja sama dengan instansi terkait.

Sehubungan dengan itu, Lembaga Penelitian Universitas Negeri Padang bekerja sama dengan Pimpinan Fakultas telah mendanai skema **Penelitian Dosen Madya** yang berjudul *Pengaruh Prekursor Pada Sintesis dan Karakterisasi Nanokristalin NiO Melalui Proses Sol-Gel* atas nama SHERLY KASUMA WARDA NINGSIH, S.Si., M.Si., yang dibiayai oleh DIPA Universitas Negeri Padang melalui PNBPFakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam UNP sesuai surat penugasan pelaksanaan penelitian desentralisasi Nomor: 2752.e/UN35.1.1/KP/2014 tanggal 22 September 2014.

Kami menyambut gembira usaha yang dilakukan peneliti untuk menjawab berbagai permasalahan pembangunan, khususnya yang berkaitan dengan permasalahan penelitian tersebut diatas. Dengan selesainya penelitian ini, Lembaga Penelitian Universitas Negeri Padang telah dapat memberikan informasi yang dapat dipakai sebagai bagian upaya penting dalam peningkatan mutu pendidikan pada umumnya. Di samping itu, hasil penelitian ini juga diharapkan memberikan masukan bagi instansi terkait dalam rangka penyusunan kebijakan pembangunan.

Hasil penelitian ini telah ditelaah oleh tim pembahas usul dan laporan hasil penelitian. Mudah-mudahan penelitian ini bermanfaat bagi pengembangan ilmu pada umumnya, dan peningkatan mutu staf akademik Universitas Negeri Padang.

Pada kesempatan ini, kami ingin mengucapkan terima kasih kepada berbagai pihak yang membantu terlaksananya penelitian ini, terutama kepada pimpinan lembaga terkait yang menjadi objek penelitian, responden yang menjadi sampel penelitian, dan tim pereriu Lembaga Penelitian Universitas Negeri Padang. Secara khusus, kami menyampaikan terima kasih kepada Dekan FMIPA Universitas Negeri Padang yang telah berkenan memberi bantuan pendanaan bagi penelitian ini. Kami yakin tanpa dedikasi dan kerjasama yang terjalin selama ini, penelitian ini tidak akan dapat diselesaikan sebagaimana yang diharapkan dan semoga kerjasama yang baik ini akan menjadi lebih baik lagi di masa yang akan datang.

Terima kasih.

Padang, Desember 2014  
Ketua Lembaga Penelitian  
Universitas Negeri Padang



Dr. Alwen Bentri, M.Pd.  
NIP: 19610722 198602 1 002

## DAFTAR ISI

Halaman

<b>DAFTAR ISI</b> .....	i
<b>ABSTRAK</b> .....	1
<b>RINGKASAN</b> .....	2
<b>BAB I. Pendahuluan</b> .....	4
1.1. Latar Belakang .....	4
1.2. Perumusan Masalah .....	5
<b>BAB II. Tinjauan Pustaka</b> .....	6
2.1. Nikel Oksida (NiO).....	6
2.2. Nikel (II) nitrat heksahidrat .....	6
2.3. Nikel (II) sulfat heksahidrat .....	7
2.4. Nikel (II) asetat tetrahidrat.....	7
2.5. Nikel (II) klorida heksahidrat.....	8
2.6. Metanol .....	7
2.7. Proses Sol-Gel.....	9
2.8. X-Ray Diffraction (SRD).....	11
2.9. Scanning Electron Microscopy (SEM) .....	13
2.10 Thermal Gravimetric Analysis (TGA).....	14
2.11 Fourier Transform Infrared (FTIR).....	16
2.12 X-Ray Fluorescence (XRF) .....	17
<b>BAB III. Tujuan, Luaran dan Kontribusi Penelitian</b> .....	18
<b>BAB IV. Metode Penelitian</b> .....	19
<b>BAB V. Hasil dan Diskusi</b> .....	21
5.1 Pembuatan Larutan Homogen.....	21
5.2 Pengeringan Gel.....	23
5.3 pemanasan powder.....	25
5.4 Karakterisasi .....	28

5.4.1 TG/DTA.....	28
5.4.2 FTIR.....	29
5.4.3 XRF.....	31
5.4.4 XRD.....	32
5.4.5 SEM.....	36
<b>BAB VI.Simpulan dan Saran .....</b>	<b>42</b>
6.1 Simpulan.....	42
6.2 Saran .....	43
<b>Daftar Pustaka .....</b>	<b>44</b>

## DAFTAR GAMBAR

	<b>Halaman</b>
Gambar 1. Nikel (II) sulfat heksahidrat .....	7
Gambar 2. Nikel (II) asetat tetrahidrat .....	7
Gambar 3. Nikel (II) klorida heksahidrat.....	8
Gambar 4. Struktur metanol.....	8
Gambar 5. Bagan proses sol-gel .....	9
Gambar 6. Diagram alat difraksi sinar-X.....	13
Gambar 7. Peralatan SEM.....	14
Gambar 8. Sol Nikel heksahidrat dengan pelarut metanol .....	22
Gambar 9. Sol nikel asetat tetrahidrat menggunakan metanol .....	22
Gambar 10. Sol nikel sulfat heksahidrat menggunakan pelarut Metanol .....	23
Gambar 11. Gel nikel oksida menggunakan nikel nitrat Heksahidrat.....	24
Gambar 12. Gel nikel oksida menggunakan prekursor nikel asetat Tetrahidrat .....	24
Gambar 13. Gel nikel oksida menggunakan nikel sulfat heksahidrat sebagai prekursor.....	25
Gambar 14. Powder NiO dengan menggunakan prekursor nikel nitrat	25
Gambar 15. Powder NiO dengan menggunakan nikel asetat sebagai Prekursor .....	26
Gambar 16. Powder NiO menggunakan nikel sulfat sebagai Prekursor .....	27
Gambar 17. Powder NiO menggunakan nikel klorida sebagai Prekursor .....	27
Gambar 18. Kurva TG/DTA gel NiO menggunakan prekursor nikel nitrat heksahidrat .....	28
Gambar 19. Kurva TG/DTA gel NiO dengan menggunakan prekursor nikel klorida heksahidrat .....	29
Gambar 20. Kurva FTIR NiO dengan menggunakan prekursor nikel nitrat heksahidrat .....	30
Gambar 21. Kurva FTIR NiO dengan menggunakan prekursor nikel klorida heksahidrat .....	30

Gambar 22. Kurva XRF sampel NiO dengan menggunakan nikel nitrat heksahidrat sebagai prekursor .....	31
Gambar 23. Kurva XRF sampel NiO dengan menggunakan nikel klorida heksahidrat sebagai prekursor .....	31
Gambar 24. Pola XRD powder nikel oksida dengan prekursor nikel nitrat heksahidrat .....	32
Gambar 25. Pola XRD powder nikel oksida dengan prekursor nikel asetat tetrahidrat .....	33
Gambar 26. Pola XRD powder nikel oksida dengan prekursor nikel sulfat heksahidrat.....	34
Gambar 27. Foto SEM powder NiO dengan menggunakan nikel nitrat heksahidrat dengan perbesaran 10.000 x.....	36
Gambar 28. Foto SEM powder NiO dengan menggunakan nikel nitrat heksahidrat dengan perbesaran 15.000 x.....	37
Gambar 29. Foto SEM powder NiO dengan menggunakan nikel nitrat heksahidrat dengan perbesaran 20.000 x.....	37
Gambar 30. SEM powder NiO dengan menggunakan nikel asetat tetrahidrat dengan perbesaran 10.000 x.....	38
Gambar 31. SEM powder NiO dengan menggunakan nikel asetat tetrahidrat dengan perbesaran 15.000 x.....	39
Gambar 32. SEM powder NiO dengan menggunakan nikel asetat tetrahidrat dengan perbesaran 20.000 x.....	39
Gambar 33. Foto SEM powder NiO dengan menggunakan nikel sulfat heksahidrat dengan perbesaran 10.000 x.....	40
Gambar 34. Foto SEM powder NiO dengan menggunakan nikel sulfat heksahidrat dengan perbesaran 15.000 x.....	41
Gambar 35. Foto SEM powder NiO dengan menggunakan nikel sulfat heksahidrat dengan perbesaran 20.000 x.....	41



## DAFTAR TABEL

	<b>Halaman</b>
Tabel 1. Hasil pengamatan secara visual pembuatan larutan nikel oksida dengan variasi prekursor .....	21
Tabel 2. Hasil pengamatan larutan secara visual setelah pengeringan dengan oven.....	23
Tabel 3. Hasil Pengamatan secara visual powder nikel oksida ....	25
Tabel 4. Ukuran kristal NiO berdasarakan Scherer's Formula .....	35

## ABSTRAK

Telah dilakukan penelitian sintesis nikel oksida (NiO) dengan menggunakan proses sol-gel dengan menggunakan metanol sebagai pelarut dan NaOH 5M sebagai *agent precipitation*. Dalam penelitian ini dilakukan variasi prekursor atau bahan dasar yaitu nikel nitrat heksahidrat, nikel asetat tetrahidrat, nikel sulfat heksahidrat dan nikel klorida heksahidrat. Powder NiO didapatkan dengan pengeringan larutan yang dilakukan pada suhu 100-110 °C selama 1 jam dan dilanjutkan dengan kalsinasi pada suhu  $\pm 450$  °C selama  $\pm 1$  jam untuk masing-masing prekursor. Hasil yang diperoleh adalah bubuk atau powder warna hitam. Gel NiO dikarakterisasi dengan TGA untuk menentukan suhu pembentukan kristal NiO. Dari analisa TGA ini, NiO dapat terbentuk mulai suhu 350 °C. Analisis XRF pada sampel NiO yang disintesis dengan menggunakan nikel nitrat heksahidrat dan nikel klorida heksahidrat memberikan hasil bahwa komposisi NiO pada sampel adalah sekitar 96,9% dan 60% berturut-turut. Analisis FTIR untuk sampel NiO memberikan hasil bahwa pada bilangan gelombang sekitar  $400\text{ cm}^{-1}$  menunjukkan adanya ikatan Ni-O. Powder NiO dikarakterisasi dengan menggunakan XRD untuk melihat struktur kristal dan ukuran kristal. Kristal NiO yang dihasilkan masih bercampur dengan senyawa lain untuk semua jenis prekursor. Struktur kristal NiO dengan prekursor nikel nitrat adalah struktur kubik bercampur dengan natrium nitrat, dengan menggunakan prekursor nikel asetat tetrahidrat menghasilkan struktur kubik dan bercampur dengan natrium hidrogen karbonat dan nikel sedangkan dengan prekursor nikel sulfat heksahidrat didapatkan kristal NiO dengan struktur monoklin bercampur dengan natrium sulfat dan natrium karbonat sulfat. Ukuran kristal NiO yang dihasilkan dengan prekursor nikel nitrat, nikel asetat dan nikel sulfat adalah 72,16 nm, 38,63 dan 32,84 nm berturut-turut. Mikrograf SEM memperlihatkan morfologi NiO berbentuk *spheric*, *rod* (batangan) dan bongkahan (*bulk*).

**Key Words:** *sol-gel, nanokristal, prekursor, agent precipitation, kalsinasi, spheric*

## RINGKASAN

Nikel oksida dalam ukuran mikropori sangat banyak diteliti karena mempunyai sifat fisik yang menarik dan sangat penting dalam aplikasi teknologi. Nanopartikel NiO memiliki aplikasi dalam pembuatan film (lapisan tipis), material magnetik, film konduksi transparan tipe-p, sensor gas, katalis, katoda baterai alkalin dan anoda fuel cell.

Beberapa metode telah dikembangkan dalam pembuatan nanomaterial NiO. Diantaranya adalah metode solod state, metoda dekomposisi aerosol, metoda hidrotermal dan metoda non-aqueous. Dari penelitian yang diketahui sebelumnya bahwa sintesis nanokristal NiO belum dilakukan dengan variasi prekursor dalam pembuatan NiO dengan menggunakan proses sol-gel menggunakan metanol sebagai pelarut. Metoda sol-gel merupakan metoda yang sangat sederhana, prosesnya relatif mudah, tidak membutuhkan biaya yang mahal, ramah lingkungan dan dapat menghasilkan produk dengan kehomogenan yang tinggi.

Penelitian ini bertujuan untuk mempelajari pengaruh prekursor pada sintesis dan karakterisasi nanokristalin NiO dengan menggunakan proses sol-gel, menentukan konsentrasi prekursor yang tepat dalam pembuatan sol NiO, melakukan karakterisasi NiO dengan menggunakan X-ray Diffraction (XRD), Scanning Electron Microscopy (SEM), analisis FTIR, TGA dan XRF.

Penelitian dilakukan di Laboratorium Kimia Anorganik, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Negeri Padang. Analisis XRD dilakukan di Jurusan Fisika, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Negeri Padang, analisis SEM dilakukan di Jurusan Biologi, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Negeri Padang, dan analisis TGA, FTIR dan ED-XRF dilakukan di Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Negeri Padang.

Proses pembuatan larutan atau sol NiO dibuat dengan mereaksikan bahan prekursor (nikel nitrat heksahidrat) ke dalam pelarut metanol. Larutan ini distirer selama  $\pm 45$  menit dan ditambahkan larutan NaOH 5 M kedalam larutan ini dan dilanjutkan pengadukan dengan magnetic stirer samapai  $\pm 1$  jam. Setelah terbentuk sol NiO, dikeringkan atau diuapkan pelarutnya dengan menggunakan oven pada suhu 100-110 °C selama 1 jam. Setelah terbentuk gel NiO yang berwarna hijau toska selanjutnya dikalsinasi dengan furnace pada suhu 450 °C selama 1 jam, dihasilkan kristal NiO berwarna hitam.

Hasil analisis XRD memperlihatkan struktur kristal NiO yang dihasilkan menggunakan nikel nitrat sebagai prekursor adalah NiO dengan struktur kubik sedikit bercampur dengan natrium nitrat. Struktur NiO dengan prekursor nikel asetat tetrahidrat adalah struktur kubik sedikit bercampur dengan natrium hidrogen karbonat dan nikel. Struktur NiO dengan menggunakan prekursor nikel sulfat heksahidrat adalah struktur monoklin sedikit bercampur dengan natrium sulfat dan natrium karbonat sulfat. Ukuran kristal NiO yang dihasilkan dengan prekursor nikel nitrat, nikel asetat dan nikel sulfat adalah 72,16, 38,63 dan 32,84 *nm* berturut-turut.

Mikrograf SEM memperlihatkan morfologi NiO menggunakan prekursor nikel nitrat menghasilkan kristal NiO dengan bentuk spheric dengan ukuran diameter kristal adalah sekitar 0,01-0,1  $\mu m$ . Morfologi powder NiO dengan prekursor nikel asetat tetrahidrat dengan menggunakan SEM memberikan morfologi batang (rod) dengan ukuran diameter kristal adalah 2-13  $\mu m$  dan panjang kristalnya sekitar 1-6  $\mu m$ . Morfologi powder NiO dengan prekursor nikel sulfat heksahidrat dengan menggunakan SEM memberikan morfologi bongkahan (bulk) dengan ukuran sekitar 1-10  $\mu m$ .

Dari hasil penelitian ini dapat disimpulkan bahwa sintesis nanokristal NiO dapat disintesis menggunakan metoda sol-gel. Variasi prekursor mempengaruhi struktur kristal dan morfologi permukaan kristal NiO. Struktur kristal dan morfologi NiO berbeda-beda untuk setiap prekursor.



## BAB I. Pendahuluan

### 1.1 Latar Belakang

Oksida logam transisi merupakan kajian yang berkembang saat ini, karena memiliki sifat magnetik, elektronik dan bagus digunakan sebagai katalis. Oksida logam dalam ukuran nano sangat banyak diaplikasikan dalam pembuatan peralatan penyimpanan, *drug delivery*, katalis dan dalam bidang biomedik (Dooley, dkk). Semikonduktor dalam ukuran nanometer sangat penting karena memiliki sifat elektrik, optik (Xu, C.X et al & He, F.Q dkk) dan sifat kimia dengan cara merubah ukuran partikelnya (Anesh, P.M dkk). Sifat optik merupakan kajian yang berkembang karena dapat diaplikasikan untuk optoelektronik, photovoltaic, dan sensor.

Nanomaterial memiliki sifat yang menarik dalam hal mekanik, elektronik, magnetik, termal, sifat katalitik, dan sifat optik dibandingkan dengan material bongkahan (bulk). Beberapa tahun ini penelitian tentang sintesis kristalin dalam ukuran nano telah meningkat. Hal ini disebabkan oleh luas permukaan yang tinggi memiliki sifat adsorpsi yang bagus. Nanopartikel NiO memiliki aplikasi dalam pembuatan elektrokromik, film, material magnetik, film konduksi transparan tipe- p, sensor gas, katalis, katoda baterai alkalin, anoda fuel cell oksida padatan.

Nikel oksida merupakan material yang menjanjikan untuk aplikasi dalam fuel cell (Daza, dkk) dan katalis Wang, Y, dkk). Nikel oksida non-stoikiometri karena memiliki kecacatannya digunakan dalam semikonduktor tipe p dan dijumpai dalam aplikasi sensor gas hidrogen (Matsumiya, M, dkk). Diatas suhu 523 K NiO memiliki struktur face centered cubic (fcc) (tipe NaCl) dengan grup spasi  $Fm3m$ . Nanopartikel NiO merupakan material yang sangat banyak diteliti karena memiliki sifat feromagnetik yang lemah dan efek permukaan.

Beberapa metode telah dikembangkan untuk pembuatan material NiO. Metoda proses mekanokimia telah dilakukan oleh McCormick pada tahun 2001. Selain itu metoda yang digunakan adalah metoda hidrolisis logam alkoksida (Kominami, H, dkk), proses sol-gel nonhidrolisis (Tang, J, dkk), sintesis non-aqueous (Niederberger, dkk), dekomposisi aerosol (Xia, B). Metoda ini memiliki kekurangan yakni metoda dekomposisi menghasilkan material dalam bentuk bongkahan (bulk) (Hu, dkk). Selian itu kristalinitas produk yang dihasilkan kurang bagus. Metoda ini membutuhkan peralatan yang lebih kompleks dan harga yang mahal.

Dalam penelitian ini, nanokristal NiO akan disintesis dengan menggunakan proses sol-gel. Metoda sol-gel merupakan suatu metoda yang digunakan untuk pembentukan bahan-bahan anorganik melalui suatu reaksi kimia dalam suatu larutan pada suhu relatif rendah (*Schmidt, 1998*). Metoda sol-gel memiliki kelebihan diantaranya adalah kehomogenan powder yang dihasilkan lebih baik, kemurniannya tinggi, suhu yang digunakan relatif rendah, serta lebih murah. Adapun pelarut protik yang digunakan adalah metanol (pa) dengan memvariasikan prekursor yakni dengan menggunakan variasi prekursor diantaranya adalah nikel (II) nitrat heksahidrat dengan rumus  $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ , nikel (II) sulfat heksahidrat dengan rumus  $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ , nikel (II) asetat tetrahidrat dengan rumus  $\text{Ni}(\text{OCOCH}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ , dan nikel (II) klorida heksahidrat dengan rumus  $\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ , dengan menggunakan NaOH sebagai penstabil (*dissolution agent*). Variasi prekursor ini bertujuan untuk melihat mikrostruktur yang paling bagus dari nanokristal NiO yang akan dihasilkan. NiO yang diharapkan adalah yang memiliki ukuran sangat kecil sehingga luas permukaan besar dan sangat bagus diaplikasikan untuk fotokatalis dan sensor gas.

## 1.2 Perumusan Masalah

Dari penelitian yang diketahui sebelumnya bahwa pengaruh prekursor dalam sintesis nanokristal NiO belum dilakukan dengan menggunakan prekursor nikel (II) nitrat heksahidrat dengan rumus  $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ , nikel (II) sulfat heksahidrat dengan rumus  $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ , nikel (II) asetat tetrahidrat dengan rumus  $\text{Ni}(\text{OCOCH}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ , dan nikel (II) klorida heksa hidrat dengan rumus  $\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  dengan menggunakan metanol sebagai pelarut serta aditif NaOH melalui proses sol gel. Oleh karena itu perlu dilakukan penelitian dengan rumusan masalah sebagai berikut:

1. Apakah nanokristal NiO dapat terbentuk dengan menggunakan metanol sebagai pelarut?
2. Apakah dengan menggunakan prekursor yang berbeda berpengaruh terhadap struktur kristal NiO yang dihasilkan?
3. Apakah dengan menggunakan prekursor yang berbeda berpengaruh terhadap morfologi kristal NiO yang dihasilkan?
4. Apakah komposisi dari NiO yang dihasilkan dengan menggunakan XRF?
5. Bagaimana analisis fungsional group dari NiO yang dihasilkan dengan menggunakan spektroskopi FTIR?

## BAB II. Tinjauan Pustaka

### 2.1 Nikel Oksida (NiO)

Nikel (II) Oksida merupakan senyawa kimia dengan rumus NiO. Bentuk mineralogi NiO adalah dalam bentuk *bunsenite*, dimana mineral ini sangat jarang terdapat di alam. NiO memiliki struktur yang mengadopsi struktur NaCl yaitu struktur kubik, dengan bentuk oktahedral bagian Ni (II) dan  $O^{2-}$ . Sama halnya dengan oksida logam biner lainnya, NiO seringkali dalam bentuk non-stoikiometri yang berarti bahwa rasio Ni:O menyimpang dari satu. Pada nikel oksida non stoikiometri ini ditandai dengan perubahan warna. Warna NiO secara stoikiometri adalah hijau sedangkan yang non stoikiometri berwarna hitam.

NiO memiliki aplikasi yang sangat beragam. NiO dapat digunakan dalam pembentukan alloy, pembuatan keramik di industri untuk membuat ferrit, kaca porselen dan frits oksida yang disintering digunakan untuk pembuatan alloy nikel baja. NiO juga dapat digunakan sebagai komponen dalam baterai nikel-iron yang dikenal juga dengan baterai Edison, sebagai komponen dalam fuel cell. Selain itu NiO juga digunakan sebagai prekursor dalam pembuatan banyak garam nikel dan sebagai katalis, digunakan pada baterai nikel kadmium atau baterai NiCd. NiO digunakan sebagai katalis dalam hidrogenasi.

Adapun sifat-sifat dari material NiO adalah sebagai berikut:

1. Massa molar NiO adalah 74,6928 g/mol
2. Berat jenis sebesar 6,67 g/mL
3. Indeks bias 2,1818
4. Titik leleh 1955 °C
5. Larut dalam amonium hidroksida dan KCN

### 2.2 Nikel (II) nitrat heksahidrat

Nikel nitrat merupakan senyawa kimia dengan rumus  $Ni(NO_3)_2$ . Nikel nitrat terdapat dalam bentuk hidrat dan anhidrat dengan massa molekul relatif sebesar 182,703 g/mol. Nikel nitrat heksahidrat adalah senyawa kimia yang memiliki rumus  $Ni(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$  dengan massa molekul relatif sebesar 290,79 g/mol, padatan yang berwarna hijau emerald dengan sifat higroskopis, tidak berbau, densitas sekitar 2,05 g/cm<sup>3</sup>, titik leleh 56,7 °C, titik didih 136,7 °C, larut dalam air dan alkohol. Penulisan nikel nitrat heksahidrat terdiri-dari dua yaitu  $Ni(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$  dan  $[Ni(H_2O)_6](NO_3)_2$ . Rumus terakhir ini menunjukkan bahwa atom pusat nikel (II)

dikelilingi oleh enam molekul air dalam garam hidrat. Anion nitrat tidak berikatan dengan nikel.

### 2.3 Nikel (II) sulfat heksahidrat

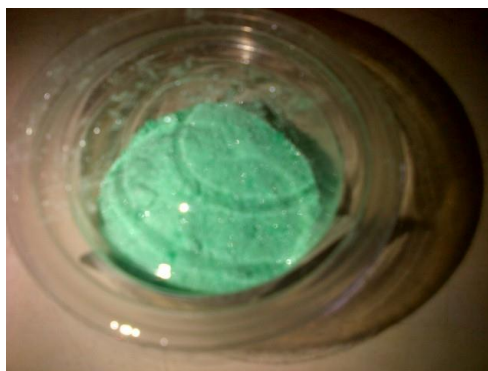
Nikel sulfat heksahidrat adalah senyawa kimia yang memiliki rumus  $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  dengan massa molekul relatif sebesar 262,85 g/mol, kristal yang berwarna hijau kebiruan, tidak berbau, densitas sekitar 2,07 g/cm<sup>3</sup>, titik leleh 53 °C, terdekomposisi pada suhu 100 °C, larut dalam air dan alkohol serta ammonia. Struktur kristalnya adalah tetragonal.



Gambar 1. Nikel (II) sulfat heksahidrat

### 2.4 Nikel (II) asetat tetrahidrat

Nikel aetat merupakan nama senyawa organik dengan rumus  $\text{Ni}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot (\text{H}_2\text{O})_n$ . Nikel nitrat terdapat dalam bentuk hidrat dan anhidrat dengan massa molekul relatif sebesar 182,703 g/mol. Nikel aseta tetrahidrat adalah senyawa kimia yang memiliki rumus  $\text{Ni}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 4(\text{H}_2\text{O})$  dengan massa molekul relatif sebesar 248,8 g/mol, padatan yang berwarna hijau, tidak berbau, densitas anhidratnya sekitar 1,798 g/cm<sup>3</sup> dan tetrahidratnya 1,744 g/cm<sup>3</sup>, terdekomposisi jika dipanaskan, larud dalam metanol dan tidak larut dalam dietil eter dan n-oktanol.



Gambar 2. Nikel (II) asetat tetrahidrat



## 2.5 Nikel (II) klorida heksahidrat

Nikel (II) klorida heksahidrat adalah senyawa kimia yang memiliki rumus  $\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  dengan massa molekul relatif sebesar 237,69 g/mol, padatan yang berwarna hijau, tidak berbau, densitas sekitar  $1,92 \text{ g/cm}^3$ , titik leleh  $140 \text{ }^\circ\text{C}$ , larut dalam air dan alkohol. Struktur kristalnya adalah monoklin.



Gambar 3. Nikel (II) klorida heksahidrat

## 2.6 Metanol

Methanol dikenal juga dengan metil alkohol merupakan senyawa kimia dengan rumus kimia  $\text{CH}_3\text{OH}$ . Methanol merupakan bentuk alkohol paling sederhana. Pada keadaan atmosfer methanol merupakan cairan yang ringan, mudah menguap (volatile), mudah terbakar dan beracun dengan bau yang khas (berbau lebih ringan daripada etanol). Methanol memiliki massa molekul relative 32,04 g/mol, densitas  $0,7918 \text{ g/mL}$ , titik lebur  $-97 \text{ }^\circ\text{C}$  dan titik didih  $64,7 \text{ }^\circ\text{C}$ . Metanol atau metil alkohol adalah jenis alkohol yang sangat sederhana berupa cairan yang tidak berwarna, mudah menguap, mudah terbakar, berbau khas dan bersifat toksik. Metanol banyak digunakan sebagai bahan bakar, bahan aditif dalam pembuatan etanol di industri, sebagai pelarut dan bahan pendingin anti beku.



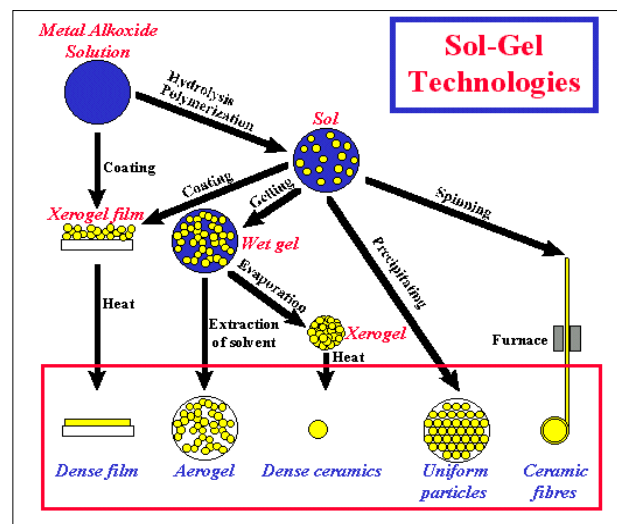
Gambar 4. Struktur metanol

## 2.7 Proses Sol-Gel

Metoda sol-gel merupakan suatu metoda yang digunakan untuk pembentukan bahan-bahan anorganik melalui suatu reaksi kimia dalam suatu larutan pada suhu relatif rendah (Schmidt, 1998). Metoda sol-gel muncul sebagai metoda pembentukan keramik dan kaca dengan kualitas tinggi (Yi et al., 1991). Metoda ini sering kali digunakan di bidang keramik, komposit, polimer, kontak lensa dan fiber karena kemampuannya menghasilkan bahan yang halus, seragam, homogen serta kemurniannya tinggi (Sakka, 1994).

Judeinsten Sanches mendefenisikan metoda sol-gel merupakan suatu metoda untuk penyebaran bahan anorganik dalam suatu larutan melalui pertumbuhan logam oksopolimer (Wenzel, 2000). Prinsip dasar sol-gel adalah pembentukan larutan prekursor dari senyawa yang diinginkan dalam pelarut organik, polimerisasi larutan, untuk pembentukan gel, pengeringan dan pembakaran gel untuk menghilangkan senyawa organik serta membentuk oksida anorganik akhir.

Proses sol-gel mempunyai dua metoda yang dikenal dengan metoda alkoksida dan metoda koloid. Metoda alkoksida yaitu metoda sol-gel yang menggunakan logam alkoksida sebagai prekursor, sedangkan metoda koloid yaitu metoda sol-gel yang menggunakan selain alkoksida sebagai prekursor seperti nitrat, karboksilat, asetil asetonat dan klorida (Guiglielmi, 1998).



Gambar 5. Bagan proses sol-gel (Brinker, 1996)

## **Faktor-faktor yang mempengaruhi proses sol-gel**

Beberapa faktor yang mempengaruhi proses sol-gel adalah (*Mackenzie, 1984*)

### 1. Senyawa logam (prekursor)

Senyawa alkoksida merupakan senyawa yang paling umum digunakan sebagai prekursor pada proses sol-gel karena tersedia secara komersial. Persyaratan umum dari prekursor yang digunakan yaitu harus dapat larut dalam media reaksi dan harus cukup reaktif dalam pembentukan gel. Perbedaan senyawa logam yang digunakan sebagai prekursor dalam proses sol-gel akan memberikan perbedaan yang jelas pada densitas, ukuran pori dan luas permukaan gel (*Sakka, 1994*). Saat pemanasan senyawa organik yang terikat di dalam senyawa logam alkoksida akan mengalami penguraian, sehingga suhu pembentukan lebih rendah dibandingkan dengan cara konvensional yang menggunakan oksida logamnya sebagai prekursor.

### 2. Pelarut

Pelarut digunakan untuk melarutkan bahan dasar agar didapat bahan yang lebih homogen. Pelarut pada umumnya dapat mengontrol waktu pembentukan gel, morfologi partikel dan ukuran partikel. Pelarut dapat dikelompokkan sebagai pelarut polar, nonpolar, protik dan aprotik. Pemakaian pelarut tergantung pada bahan asal yang digunakan. Bila bahan sangat reaktif maka digunakan pelarut nonpolar sedangkan bila bahan dasar kurang reaktif digunakan pelarut polar. Pelarut yang biasanya digunakan dalam reaksi pembentukan suatu larutan adalah alkohol, karena alkohol mempunyai tekanan uap yang tinggi pada suhu kamar dan mudah menguap pada saat pemanasan.

### 3. Suhu

Suhu mempengaruhi kecepatan pembentukan gel. Proses sol-gel yang dilakukan pada suhu lebih tinggi dari suhu kamar maka laju hidrolisis dan kondensasi akan lebih cepat sehingga pembentukan gel cepat terbentuk.

### 4. Aditif

Penggunaan aditif yang tepat akan menghasilkan larutan yang stabil dan homogen. Aditif berfungsi untuk menstabilkan logam alkoksida (*stabilization agent*) dan juga sebagai pembantu kelarutan (*dissolution agent*). Aditif sangat berpengaruh pada struktur mikrogel dan dapat mempercepat atau memperlambat pembentukan gel. Perbedaan daya kompleks dari

aditif yang digunakan menyebabkan terjadinya perbedaan waktu dan mekanisme pembentukan gel.

### **Kelebihan dan kekurangan metoda sol-gel (Cotton, 1989)**

Metoda sol-gel memiliki kelebihan dibandingkan dengan metoda konvensional. Kelebihan metoda sol-gel adalah sebagai berikut:

1. Kehomogenan yang lebih baik.
2. Kemurnian yang relatif tinggi.
3. Suhu yang digunakan relatif rendah.
4. Kehilangan bahan akibat penguapan dapat diperkecil.
5. Tidak terjadi reaksi dengan senyawa sisa.
6. Dapat mengurangi pencemaran udara.
7. Menghasilkan produk berupa film tipis.

Walaupun metoda sol-gel sangat sederhana, masih terdapat kekurangan-kekurangan diantaranya adalah:

1. Memerlukan bahan dasar yang relatif mahal.
2. Masa pemrosesan yang relatif lama.
3. Terbentuknya sisa hidroksil dan karbon.
4. Terjadi penyusutan yang besar dalam pemrosesan.
5. Menggunakan larutan organik yang berbahaya bagi kesehatan.
6. Sukar untuk mendapatkan produk yang bebas dari pecahan pada waktu pengeringan.

Kekurangan dari metoda sol-gel bukanlah suatu hambatan dalam pengembangannya, karena metoda ini mempunyai kemampuan untuk menghasilkan suatu bahan yang memiliki sifat-sifat spesifik.

### **2.8 X-Ray Diffraction (XRD)**

Sinar X adalah gelombang elektromagnetik dengan panjang gelombang  $0,5 - 2,0 \text{ \AA}$  (Mackay *et al.*, 2000). 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 (Mackenzie, 1982).



Sinar-X merupakan gelombang elektromagnetik, akan menunjukkan gejala difraksi bila sinar tersebut jatuh pada jarak antar atomnya kira-kira sama dengan panjang gelombang sinar tersebut. Bila berkas elektron menjeratui 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 (Sibilia,1996).

Ketika pancaran elektron berenergi tinggi mengenai suatu target material, maka akan terjadi interaksi dengan elektron-elektron dari target. Pancaran tersebut berhubungan dengan energi maksimum dari elektron untuk menembus atom target. Elektron pada kulit dalam atom material tersebut akan terpental dan kekosongan akan diisi oleh elektron berenergi lebih tinggi sambil memancarkan kelebihan energinya sebagai foton sinar-X. Energi yang hilang akan dikonversikan ke dalam radiasi sinar-X disebut dengan *Bremsstrahlung*.

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:

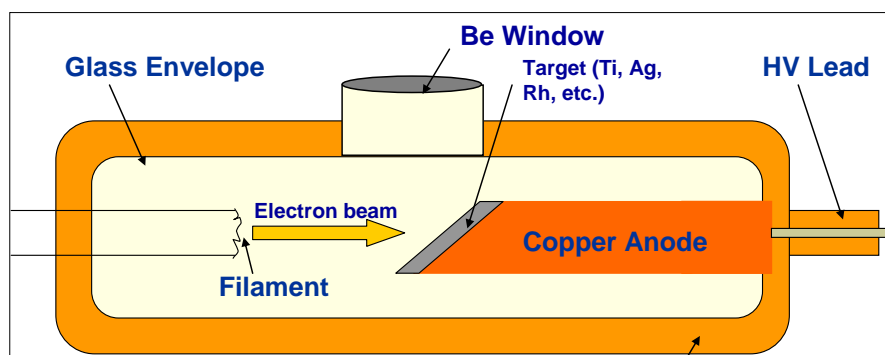
$n$  = orde difraksi (bilangan bulat)

$\lambda$  = panjang gelombang sinar yang sefasa

$d$  = jarak antar bidang *Bragg* yang dipilih sebagai bidang hambur

$\theta$  = 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 yang menentukan arah difraksi atau sudut teta dalam kristal. Difraksi sinar-X dapat digunakan untuk membedakan antara material yang bersifat kristal dengan amorf, menentukan struktur kristal dan mengidentifikasi fasa kristal.



Gambar 6. Diagram alat difraksi sinar-X

Beberapa kegunaan dari difraksi sinar-X adalah (Weller, 1994):

1. Mengetahui struktur kristal
2. Mendapatkan informasi, komposisi dan keadaan material polikristalin.
3. Dapat menentukan ukuran kristalin, derajat kristalinitas dan konstanta kisi kristalografi secara tepat.

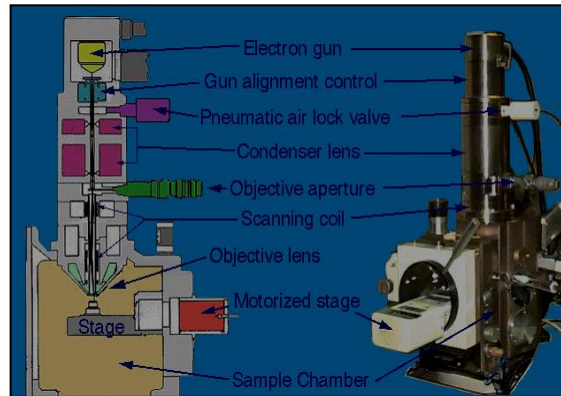
## 2.9 Scanning Electron Microscopy (SEM)

SEM merupakan metoda analisis yang digunakan untuk mengkarakterisasi permukaan sampel. Pada dasarnya analisis permukaan melibatkan radiasi permukaan dengan sumber energi (foton, elektron atau ion) yang cukup untuk menembus dan menimbulkan beberapa transisi yang menghasilkan emisi dari permukaan berkas energi yang bisa dianalisis. SEM dilakukan dengan cara menembaki permukaan sampel dengan elektron. Keunggulannya adalah tingkat pembesaran yang sangat tinggi (300.000 kali) (West, 1988) tanpa merusak material yang diperiksa.

Dalam SEM, 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 membentuk gambar dari permukaan sampel yang kemudian diperlihatkan pada layer rekorder. Dengan SEM dapat dilihat mikrostruktur dan kehomogenan dari gel yang terbentuk (Sibilia, 1996)

Dalam penelitian morfologi permukaan dengan menggunakan SEM dapat memberikan informasi yang bermanfaat mengenai topologi permukaan dengan resolusi antara 1,5-3,0 nm. Sampel dapat berupa logam, keramik, polimer, komposit dan bahan biologis. SEM dapat digunakan untuk melihat dispersi dalam campuran, keretakan lapisan, batas-batas fasa dalam polipaduan yang tidak tercampur dan kerusakan yang timbul pada permukaan sampel (Sibilia, 1996).

Adapun prinsip pengoperasian SEM adalah berkas elektron yang difokuskan discan menyilang pada permukaan sampel kemudian menghasilkan elektron sekunder, elektron kembali dihamburkan dan dikarakterisasi sinar-X. *Signal* ini dapat dideteksi oleh detektor untuk membentuk gambaran sampel pada lapisan tabung sinar katoda.



Gambar 7. Peralatan SEM

SEM merupakan alat yang luar biasa untuk melihat morfologi permukaan dari material yang tidak dapat dilihat dengan mata telanjang. Elektron-elektron yang terhambur digunakan untuk memproduksi *signal* yang memodulasi berkas dalam tabung sinar katoda, yang menghasilkan suatu citra dengan kedalaman medan yang besar dan penampakan hampir tiga dimensi (3D).

## 2.10 Thermal Gravimetric Analysis (TGA)

Analisis termal merupakan pengukuran sifat-sifat suatu materi sebagai fungsi terhadap temperatur. Berbagai teknik analisa termal digunakan untuk mengukur satu atau lebih sifat fisik dari sampel sebagai fungsi temperatur. Salah satu contoh analisa termal adalah DTA yang berguna untuk mengukur perubahan aliran energi. Pada metoda tersebut dapat dilakukan pemanasan dan pendinginan terprogram, akan tetapi pada umumnya operasi dilakukan dengan menaikkan temperature secara perlahan-lahan. Ruang sampel dapat mengandung udara, oksigen, nitrogen, argon atau vakum. Jumlah sampel dalam beberapa puluh milligram masih memadai.

Termogravimetri analisis (TGA) merupakan teknik analisa material untuk menentukan stabilitas termal material. TGA yakni alat laboratorium yang sangat penting dalam

karakterisasi material. TGA digunakan sebagai teknik untuk karakterisasi material dalam farmasi, makanan, lingkungan, pabrik minyak dan lain-lainya. TGA umumnya digunakan dalam penelitian dan pengujian penentuan karakteristik bahan seperti polimer, untuk menentukan suhu degradasi, bahan menyerap kadar air, tingkat komponen anorganik dan bahan organik dan juga untuk menentukan perkiraan kinetika korosi dalam oksidasi suhu tinggi.

TGA adalah teknik analisa material untuk menentukan kestabilan material dan komponen fraksi volatil yang dimonitor dengan perubahan berat yang terjadi jika spesimen dipanaskan. Pengukuran TGA biasanya dilakukan di udara atau pada atmosfer inert menggunakan gas helium (He) atau argon (Ar) dan berat direkam sebagai fungsi meningkatnya temperatur. Kadang-kadang pengukuran TGA dilakukan dalam atmosfer oksigen (kira-kira 1 -5% O<sub>2</sub> dalam N<sub>2</sub> atau He) untuk memperlambat oksidasi.

Perubahan berat yang terjadi beberapa peralatan juga merekam perbedaan temperatur antara spesimen dan satu atau dua referens pan (*Differential Thermal analysis*, DTA) atau aliran panas dalam pan spesimen dibandingkan dengan pan referens (*differential scanning calorimetry*, DSC). Selanjutnya dapat digunakan untuk memonitor energi yang dibebaskan atau diserap melalui reaksi kimia selama proses pemanasan. Pada beberapa khusus karbon nanotube, perubahan berat pada atmosfer udara pada dasarnya adalah sebuah superposisi hilangnya berat yang mengakibatkan oksidasi karbon menjadi gas karbondioksida dan berat yang ada selama oksidasi residu katalis logam menjadi padatan oksida.

## **2.11 Fourier Transform InfraRed (FT-IR)**

Spektroskopi IR mempunyai dua variasi instrumen yaitu metoda dispersif dan Fourier Transform (FT). Metoda dispersif menggunakan prisma atau kisi yang berfungsi untuk mendispersikan radiasi inframerah sedangkan untuk metoda Fourier transform menggunakan prinsip interferometri. Keunggulan dari FTIR adalah mencakup persyaratan ukuran sampel yang kecil, perkembangan spektrum yang cepat, dan karena instrumen ini mempunyai komputer yang terintegrasi sehingga memiliki kemampuan untuk menyimpan dan memanipulasi spektrum. Karakterisasi dengan FTIR berguna untuk menyelidiki ikatan-ikatan yang terbentuk dalam material hasil penelitian.

Spektroskopi FTIR merupakan metoda dispersif atau filter dari analisis spektral infra merah dengan beberapa alasan:



1. FTIR merupakan teknik non-destruktif
2. Metoda pengukuran dengan FTIR memiliki ketelitian yang tinggi tanpa melibatkan kalibrasi internal
3. Dapat meningkatkan kecepatan, mengumpulkan hasil scan setiap detik
4. Sensitivitasnya dapat meningkat, setiap scan satu detik dapat ditambahkan secara bersama
5. Analisa yang sederhana secara mekanik hanya dengan satu bagian pergerakan

Spektrometri FT-IR dikembangkan untuk mengatasi keterbatasan peralatan dispersiv yang ada. Kesulitan utama dari instrumen dispersiv ini adalah proses scanningnya sangat lambat. Sebuah metoda yang digunakan untuk mengukur semua frekuensi IR secara simultan lebih dibutuhkan dari pada secara individual. Untuk mengatasi permasalahan ini dikembangkanlah sebuah solusi dengan menggunakan peralatan optik yang sangat sederhana yakni interferometer. Interferometer menghasilkan tipe sinyal yang khas pada seluruh frekuensi IR. Sinyal secara cepat dapat diukur biasanya dalam satu detik. Sehingga dibutuhkan waktu yang lebih cepat untuk pengukuran sampel.

### **2.12 X-Ray Fluorescence (XRF)**

XRF merupakan metoda analitik yang digunakan untuk menentukan komposisi semua jenis material. Material yang dapat dianalisis dengan XRF bisa dalam bentuk padatan, cair, bubuk (*powder*), filter atau bentuk lainnya. XRF sering kali juga digunakan untuk menentukan ketebalan dan komposisi lapisan dan coating.

Metoda XRF ini sangat cepat, akurat dan non-destruktif dan biasanya melibatkan hanya sedikit sampel. Aplikasi dari metoda ini sangat bervariasi yakni untuk logam-logam, semen, minyak, polimer, plastik, industri makanan, pertambangan, mineralogi dan geologi, analisis air dan limbah. XRF juga merupakan teknik analisis untuk riset dan farmasi.

#### Dasar XRF

Dalam XRF, sinar X dihasilkan dari sumber yang diiridiasi pada sampel. Dalam banyak kasus sumber yang digunakan adalah tabung sinar-X tetapi alternatif lain adalah material sinkotron atau radioaktif. Unsur-unsur yang ada dalam sampel akan memancarkan fluorescent radiasi sinar X dengan energi diskret (sama dengan warna-warna pada sinar optik) yang merupakan karakteristik dari unsur-unsur ini. Energi yang berbeda sama akan menghasilkan warna yang berbeda. Dengan mengukur energi dengan cara menentukan warna-warna radiasi

yang diemisikan oleh sampel sehingga dapat ditentukan unsur yang ada pada sampel. Analisis ini dikenal dengan analisa kualitatif. Dengan mengukur intensitas energi yang diemisikan (warna) sehingga sangat memungkinkan untuk menentukan berapa banyak unsur yang terdapat dalam sampel, analisis ini disebut dengan analisis kuantitatif.

### **BAB III. Tujuan, Luaran dan Kontribusi Penelitian**

Adapun tujuan penelitian ini adalah sebagai berikut:

1. Mempelajari dan memahami sintesis dan karakterisasi nanopartikel NiO dengan menggunakan proses sol-gel.
2. Menentukan konsentrasi prekursor yang tepat dalam pembuatan sol NiO
3. Menentukan pengaruh penggunaan variasi prekursor dalam sintesis nanopartikel NiO
4. Melakukan karakterisasi nanopartikel NiO menggunakan peralatan XRD, XRF dan SEM
5. Melakukan analisa NiO dengan menggunakan spektroskopi FTIR dan TGA

Luaran Penelitian ini diharapkan:

1. Dapat dipublikasikan pada jurnal nasional terakreditasi atau tidak terakreditasi
2. Dapat diseminarkan dalam skala nasional

Dari penelitian ini diharapkan dapat memberikan informasi aktual tentang pengaruh prekursor pada sintesis nanokristal partikel NiO menggunakan proses sol-gel. Dimana proses sol-gel memiliki kelebihan yakni menghasilkan produk dengan tingkat homogenitas yang tinggi. Selain itu juga diharapkan dapat mensintesis NiO dalam ukuran nano yang memiliki sifat optik yang baik sehingga nanti dapat diaplikasikan sebagai sensor gas, fotokatalis untuk degradasi zat warna atau semikonduktor serta pengembangan teknologi material yang berbasis semikonduktor. Kontribusi penelitian ini termasuk pada kategori pemecahan masalah pembangunan. Informasi ini dapat digunakan dalam pengembangan teknologi material anorganik yang berbasis nanoteknologi terutama sebagai material pada solar cell dan gas sensor serta industri elektronik.

## BAB IV. Metode Penelitian

Penelitian ini dilakukan di Laboratorium Kimia Anorganik Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Negeri Padang, pada bulan Juni sampai Oktober 2014. Karakterisasi SEM dilakukan di Jurusan Biologi FMIPA Universitas Negeri Padang dan XRD dilakukan di Jurusan Fisika FMIPA Universitas Negeri Padang, FTIR, XRF dan TGA dianalisis di Jurusan Kimia FMIPA Universitas Negeri Padang.

Peralatan yang digunakan dalam pembuatan larutan adalah *magnetic stirrer*, *stirrer bar* dan peralatan gelas, cawan porselen, neraca analitik. Oven digunakan untuk pengeringan dan *furnace* untuk pemanasan. Bahan yang digunakan adalah nikel (II) nitrat heksahidrat dengan rumus  $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ , nikel (II) sulfat heksahidrat dengan rumus  $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ , nikel (II) asetat tetrahidrat dengan rumus  $\text{Ni}(\text{OCOCH}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ , dan nikel (II) klorida heksa hidrat dengan rumus  $\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  dari Merk digunakan sebagai prekursor. Pelarut yang digunakan adalah metanol (p.a). Aditif yang digunakan adalah larutan NaOH 5 M. Untuk melihat struktur serta kemurnian kristal yang terbentuk digunakan *X-Ray Diffraction* (XRD) sedangkan mikrostruktur kristal yang terbentuk diamati dengan menggunakan *Scanning Electron Microscopy* (SEM). Komposisi NiO dapat dianalisa dengan menggunakan XRF dan analisis gugus fungsi dengan menggunakan FTIR serta TGA untuk melihat suhu optimum pembentukan NiO.

### Pembuatan larutan homogen

1. Penggunaan prekursor nikel (II) nitrat heksahidrat  
20 mL metanol ditambahkan kedalam 5,815 g nikel (II) nitrat heksahidrat sambil diaduk dengan stirrer pada suhu kamar selama  $\pm 40$  menit setelah itu ditambahkan NaOH 5 M sebanyak 2 mL tetap sambil diaduk dengan stirrer sampai  $\pm 1,5$  jam.
2. Penggunaan prekursor nikel (II) sulfat heksahidrat  
20 mL metanol ditambahkan kedalam 5,257 g nikel (II) sulfat heksahidrat sambil diaduk dengan stirrer pada suhu kamar selama  $\pm 40$  menit setelah itu ditambahkan aditif 2 mL NaOH 5 M tetap sambil diaduk dengan stirrer sampai  $\pm 1,5$  jam.
3. Penggunaan prekursor nikel (II) asetat tetrahidrat  
20 mL metanol ditambahkan kedalam 4,976 g nikel (II) asetat tetrahidrat sambil diaduk dengan stirrer pada suhu kamar selama  $\pm 40$  menit setelah itu ditambahkan 2 mL NaOH 5 M tetap sambil diaduk dengan stirrer sampai  $\pm 1,5$  jam.

#### 4. Penggunaan prekursor nikel (II) klorida heksa hidrat

20 mL metanol ditambahkan kedalam 4,754 g nikel klorida heksahidrat sambil diaduk dengan stirrer pada suhu kamar selama  $\pm 40$  menit setelah itu ditambahkan 2 mL NaOH 5 M tetap sambil diaduk dengan stirrer sampai  $\pm 1,5$  jam.

#### **Pengeringan sampel**

Larutan homogen yang diperoleh setelah pengadukan dimasukkan ke dalam cawan porselen, kemudian dikeringkan di dalam oven untuk menguapkan pelarut pada suhu 100-110 °C selama  $\pm 1$  jam sehingga terbentuk gel. Hasil gel ini dianalisis dengan TGA untuk menentukan suhu optimum kalsinasi.

#### **Kalsinasi sampel**

Powder kering yang terbentuk dimasukkan ke dalam *furnace* dan dikalsinasi pada temperatur  $\pm 450$  °C selama  $\pm 1$  jam.

#### **Melakukan Karakterisasi sampel NiO**

Untuk melihat struktur kristal powder NiO yang terbentuk dikarakterisasi dengan XRD menggunakan monokromator grafit dengan radiasi CuK $\alpha$ . Karakterisasi struktur Kristal NiO dengan XRD dilakukan dengan cara membandingkan peak-peak yang dihasilkan pada difraktogram dengan peak-peak standar (JCPDS). Karakterisasi dilakukan di Laboratorium Jurusan Fisika FMIPA UNP.

Morfologi permukaan dikarakterisasi dengan menggunakan SEM, analisa ini dilakukan di Jurusan Biologi FMIPA UNP. Analisa XRF, TGA dan FTIR dilakukan di Jurusan Kimia FMIPA UNP.

## BAB V. Hasil dan Pembahasan

### 5.1 Pembuatan Larutan Homogen

Pada penelitian ini, sintesis nikel oksida (NiO) menggunakan variasi prekursor (bahan dasar) yang bervariasi. Prekursor yang digunakan adalah nikel nitrat, nikel asetat, nikel sulfat. Pengamatan dilakukan setelah pengadukan menggunakan magnetic stirer selama  $\pm 1$  jam. Pengadukan ini bertujuan untuk membantu kelarutan nikel nitrat, nikel asetat dan nikel sulfat serta nikel klorida dalam pelarut metanol. NaOH 5 M digunakan untuk zat pengendap (agent *precipitation*). Penambahan NaOH dilakukan setelah prekursor (nikel nitrat, nikel asetat dan nikel sulfat) dilarutkan dalam pelarut metanol.

Tabel 1. Hasil pengamatan secara visual pembuatan larutan nikel oksida dengan variasi prekursor

Prekursor	Pengamatan
Nikel nitrat heksahidrat	Nikel nitrat heksahidrat dilarutkan dengan metanol dan distirer $\pm 30$ menit menghasilkan larutan hijau terang, nikel nitrat cepat larut. Setelah ditambah 2 mL larutan NaOH 5 M, larutan hijau terang berubah menjadi hijau keruh dan terbentuk endapan hijau keputihan. Larutan tetap distirer sampai homogen.
Nikel asetat tetrahidrat	Nikel asetat mudah larut dalam pelarut metanol, larutan berwarna hijau tua dan lama terbentuk endapan hijau.
Nikel sulfat heksahidrat	Nikel sulfat heksahidrat sulit larut dalam metanol, larutannya hijau.
Nikel klorida heksahidrat	Nikel klorida mudah larut dalam metanol, larutan berwarna hijau toska dan setelah penambahan NaOH 5M terbentuk endapan hijau.

Dari Tabel 1 terlihat bahwa penggunaan prekursor nikel nitrat heksahidrat dan nikel asetat merupakan prekursor yang paling bagus digunakan karena prekursor ini sangat mudah larut dalam pelarut metanol. Larutan yang terbentuk berwarna hijau toska. Hasil pengamatan secara visual terhadap larutan sol yang dapat dilihat pada Gambar 8, 9 dan 10.





Gambar 8. Sol nikel nitrat heksahidrat dengan pelarut metanol



Gambar 9. Sol nikel asetat tetrahidrat menggunakan metanol



Gambar 10. Sol nikel sulfat heksahidrat menggunakan pelarut metanol

## 5.2 Pengerinan gel

Sol nikel oksida dipanaskan dalam oven pada temperatur 100-110 °C selama  $\pm$  1 jam. Pemanasan ini bertujuan untuk menguapkan pelarutnya. Secara teoritis metanol menguap pada suhu 64,7 °C. Setelah pemanasan didapatkan gel yang berwarna hijau toska. Hasil pengamatan larutan secara visual setelah pengeringan dengan oven dapat dilihat pada Tabel 2. Dari tabel 2 dapat dilihat bahwa penggunaan prekursor nikel nitrat heksahidrat dan nikel asetat tetrahidrat menghasilkan gel yang lebih homogen dengan ukuran yang lebih kecil. Hal ini sesuai dengan Tabel 1 dimana dengan prekursor yang sama menghasilkan larutan yang homogen juga. Hasil pengamatan ini sesuai dengan Gambar 11, 12 dan 13.

Tabel 2. Hasil pengamatan larutan secara visual setelah pengeringan dengan oven

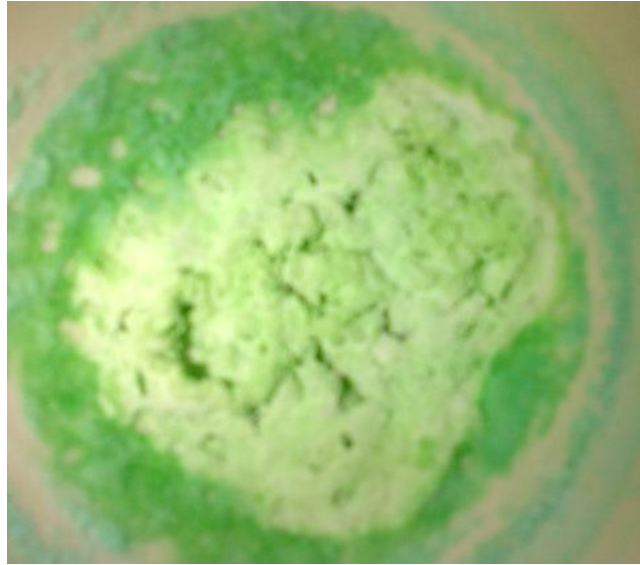
Variasi	Pengamatan
Nikel nitrat heksahidrat + metanol + NaOH	Terbentuk gel warna kehijauan, pelarutnya cepat menguap, gelnnya gomogen
Nikel asetat tetrahidrat + metanol + NaOH	Terbentuk gel hijau dan metanol cepat menguap, gel yang dihasilkan lebih halus
Nikel sulfat heksahidrat + metanol + NaOH	Pelarut sukar menguap dan menghasilkan gel hijau keputihan, gelnnya agak kasar
Nikel klorida heksahidrat + metanol + NaOH	Pelarut mudah menguap dan dihasilkan gel hijau



Gambar 11. Gel nikel oksida menggunakan nikel nitrat heksahidrat



Gambar 12. Gel nikel oksida menggunakan prekursor nikel asetat tetrahidrat



Gambar 13. Gel nikel oksida menggunakan nikel sulfat heksahidrat sebagai prekursor

### 5.3 Pemanasan powder

Gel yang didapatkan setelah pengeringan dengan oven, dikalsinasi pada suhu  $\pm 450\text{ }^{\circ}\text{C}$  selama  $\pm 1$  jam menggunakan furnace. Dengan pemanasan pada suhu tinggi ini dihasilkan powder nikel oksida yang berwarna hitam. Hasil pengamatan secara visual powder nikel oksida dengan suhu pemanasan  $\pm 450\text{ }^{\circ}\text{C}$  selama  $\pm 1$  jam dapat dilihat pada Tabel 3. Dari Tabel 3 terlihat bahwa penggunaan prekursor nikel nitrat heksahidrat dan nikel sulfat tetrahidrat menghasilkan powder dengan ukuran yang sangat halus dan homogen. Hasil pengamatan ini berdasarkan Gambar 14, 15, 16 dan 17.

Tabel 3. Hasil Pengamatan secara visual powder nikel oksida

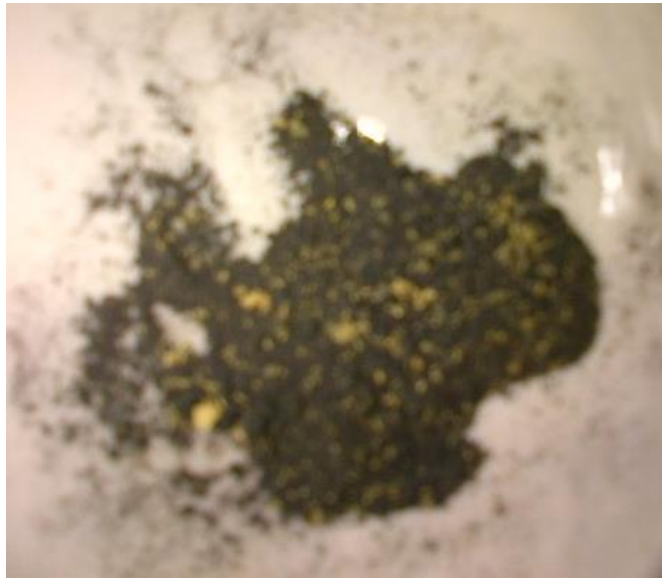
Variasi	Pengamatan
Nikel nitrat heksahidrat + metanol + NaOH	Powder yang terbentuk berwarna hitam mengkilat dan ukuran partikelnya halus dan tanpa grinding
Nikel asetat tetrahidrat + metanol + NaOH	Terbentuk powder hitam dengan ukuran yang sangat halus
Nikel sulfat heksahidrat + metanol + NaOH	Dihasilkan powder yang berwarna abu-abu kehitaman dan agak kasar
Nikel klorida heksahidrat + metanol + NaOH	Didapatkan powder yang agak kasar dan powdernya berwarna abu-abu kehijauan



Gambar 14. Powder NiO dengan menggunakan prekursor nikel nitrat



Gambar 15. Powder NiO dengan menggunakan nikel asetat sebagai prekursor



Gambar 16. Powder NiO menggunakan nikel sulfat sebagai prekursor

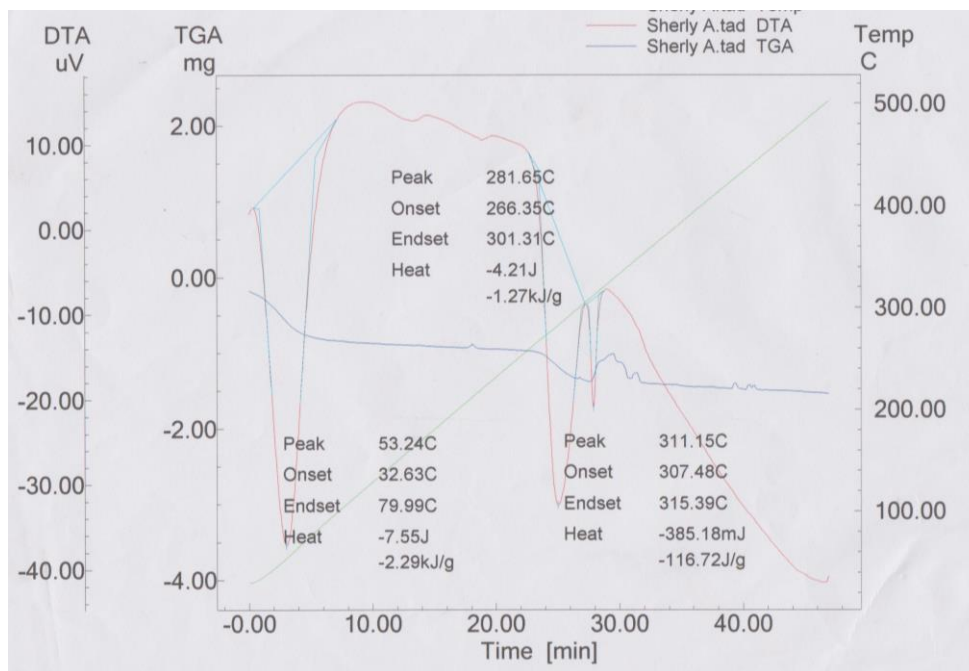


Gambar 17. Powder NiO menggunakan nikel klorida sebagai prekursor

## 5.4 Karakterisasi

### 5.4.1 TG/DTA

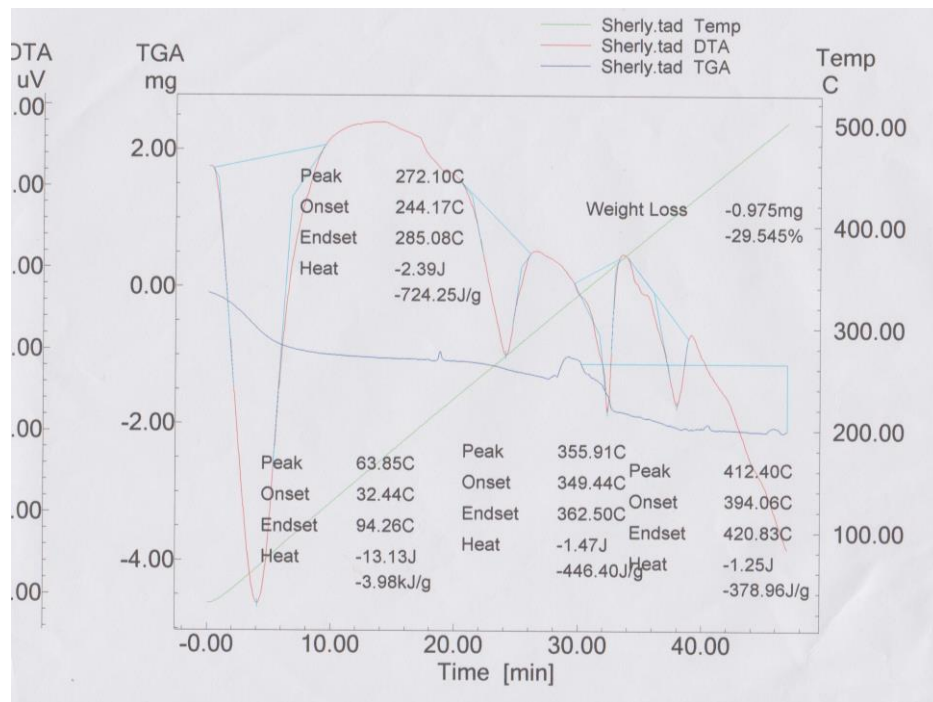
TG/DTA merupakan alat yang digunakan untuk penentuan temperatur degradasi material. Kurva TG/DTA untuk sampel NiO yang disintesis menggunakan prekursor nikel nitrat heksahidrat dapat dilihat pada Gambar 18. Dari kurva terlihat bahwa nikel oksida mulai terbentuk pada suhu diatas 300 yakni 311,15 °C. Hal ini dibuktikan dengan tidak terjadi kehilangan berat sampel. Pada suhu sekitar 79,9 °C, menunjukkan terjadinya kehilangan berat molekul pelarut, hal ini merupakan proses penguapan pelarut.



Gambar 18. Kurva TG/DTA gel NiO menggunakan prekursor nikel nitrat heksahidrat

Kurva TG/DTA untuk sampel NiO yang disintesis menggunakan prekursor nikel klorida heksahidrat dapat dilihat pada Gambar 19. Dari kurva terlihat bahwa nikel oksida mulai terbentuk pada suhu 412,4°C. Hal ini dibuktikan dengan tidak terjadi kehilangan berat sampel. Pada suhu 355,9 °C menunjukkan terjadinya dekomposisi Ni(OH)<sub>2</sub>. Pada suhu sekitar 94,2 °C, menunjukkan terjadinya kehilangan berat molekul pelarut, hal ini merupakan proses penguapan pelarut.





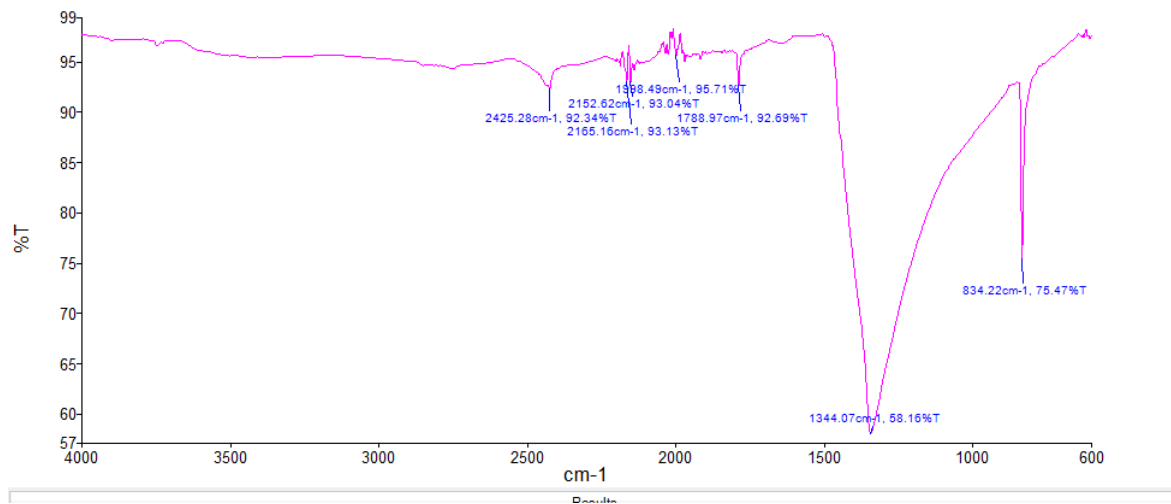
Gambar 19. Kurva TG/DTA gel NiO dengan menggunakan prekursor nikel klorida heksahidrat

#### 5.4.2 FTIR

Analisis FTIR digunakan untuk melihat gugus fungsi dari material yang dianalisis. Pada penelitian ini dilakukan analisis FTIR powder NiO yang disintesis dengan menggunakan nikel nitrat heksa hidrat sebagai bahan dasarnya. Kurva FTIR untuk NiO yang menggunakan nikel nitrat sebagai prekursor ini dapat dilihat pada Gambar 20.

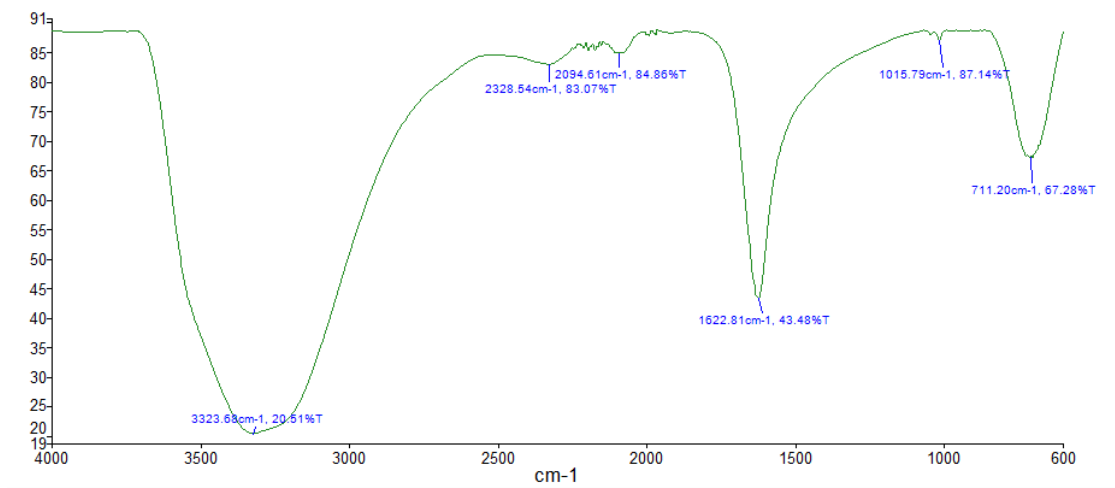
Dalam spektrum FTIR pada Gambar 20, pada  $2426\text{ cm}^{-1}$  menunjukkan puncak stretching CH pada permukaan produk. Pada puncak  $1788\text{ cm}^{-1}$  menunjukkan vibrasi pita H–O–H. Pita penyerapan (*absorption band*) pada  $1344\text{ cm}^{-1}$  menunjukkan adanya nitrat. Sekitar  $540\text{ cm}^{-1}$  menunjukkan terjadinya mode vibrasi regangan Ni–O.





Gambar 20. Kurva FTIR NiO dengan menggunakan prekursor nikel nitrat heksahidrat

Dalam spektrum FTIR pada Gambar 20, ikatan mendekati  $3323\text{ cm}^{-1}$  menunjukkan vibrasi regangan ikatan O-H dan ikatan pada  $1622\text{ cm}^{-1}$  menunjukkan vibrasi bending H-O-H juga menunjukkan adanya adsorpsi air di udara ketika sampel NiO di masukkan ke disk saat pengukuran FTIR. Pada puncak  $2328\text{ cm}^{-1}$  menunjukkan puncak C-H. Pita penyerapan (*absorption band*) pada  $1015\text{ cm}^{-1}$  menunjukkan adanya klorida. Sekitar  $500\text{-}400\text{ cm}^{-1}$  menunjukkan terjadinya mode vibrasi regangan Ni-O.

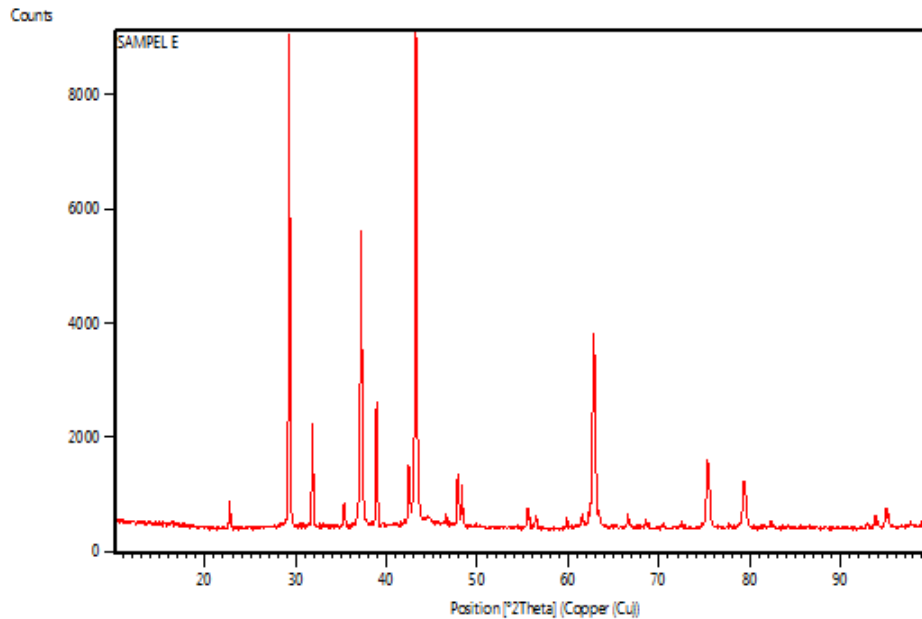


Gambar 21. Kurva FTIR NiO dengan menggunakan prekursor nikel klorida heksahidrat



#### 5.4.4 Difraksi sinar-X (XRD)

Analisis XRD bertujuan untuk menentukan struktur dan ukuran kristal nikel oksida (NiO) yang dihasilkan. Analisis XRD dilakukan pada powder nikel oksida yang dihasilkan pada temperatur kalsinasi  $\pm 450$  °C. Analisis XRD ini menggunakan monokromator grafit dengan radiasi  $\text{CuK}\alpha$  ( $\lambda \text{ Cu} = 0,15405$  nm).



Gambar 24. Pola XRD powder nikel oksida dengan prekursor nikel nitrat heksahidrat

Gambar 24 merupakan pola difraksi sinar-X powder nikel oksida dengan menggunakan prekursor nikel nitrat heksahidrat pada temperatur kalsinasi 450 °C. Pola XRD yang ditunjukkan dari powder ini adalah memiliki puncak tertinggi pada puncak yang khas yaitu sekitar pada  $2\theta = 29,3$  dan  $42,3$ . Puncak-puncak lainnya terdeteksi pada  $2\theta = 31,7$ ;  $37,1$ ;  $43,2$ ;  $47,8$ ;  $62,7$ ;  $75,2$  dan  $79,2$ . Dari pola XRD ini ditetapkan bahwa nikel oksida yang terbentuk adalah NiO dengan struktur kubik yang bercampur dengan natrium nitrat ( $\text{NaNO}_3$ ) dan titanium oksida (TiO). Hal ini ditandai dengan terbentuknya puncak natrium nitrat sesuai dengan data JCPDS No. 01-079-2056 dan senyawa TiO sesuai dengan JCPDS No. 01-072-2741. Pengotor natrium nitrat ini terbentuk karena setelah larutan  $\text{Ni}(\text{OH})_2$  distirer tidak disaring endapannya dan dicuci dengan aquades, melainkan langsung dengan menguapkan pelarutnya dengan menggunakan oven.

Rumus Scherer adalah:

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

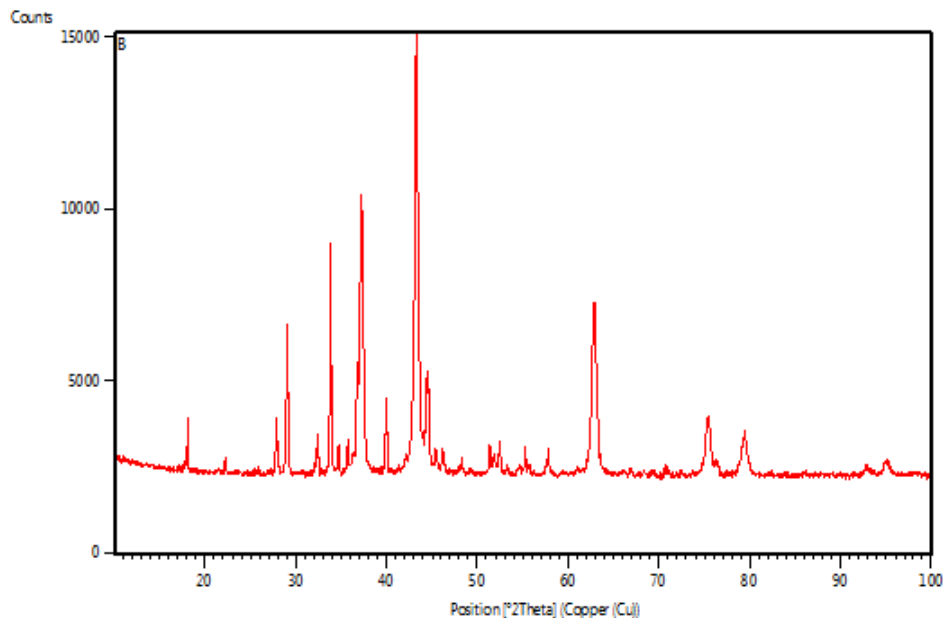
Dimana :

L = Ukuran kristal (nm), K = Konstanta (0,89) dan  $\lambda$  = Panjang gelombang sinar-X untuk Cu K $\alpha$  (0,15405 nm) serta  $\beta$  = FWHM (*Full Width at Half Maximum*) pada  $2\theta \times (\pi/180)$  dan  $\theta$  = Sudut Bragg.

Ukuran kristal nikel oksida yang dihasilkan dengan menggunakan nikel nitrat heksahidrat adalah:

$$L = \frac{0.15405 \times 0.89}{(0.1791 \times 3.14 / 180) \times \cos(43.20 / 2)} = 72,16 \text{ nm}$$

Dengan mengukur FWHM (*Full Width at Half Maximum*) dari puncak dengan refleksi tertinggi (Gambar 24) didapatkan ukuran kristalnya sebesar 72,16 nm.



Gambar 25. Pola XRD powder nikel oksida dengan prekursor nikel asetat tetrahidrat

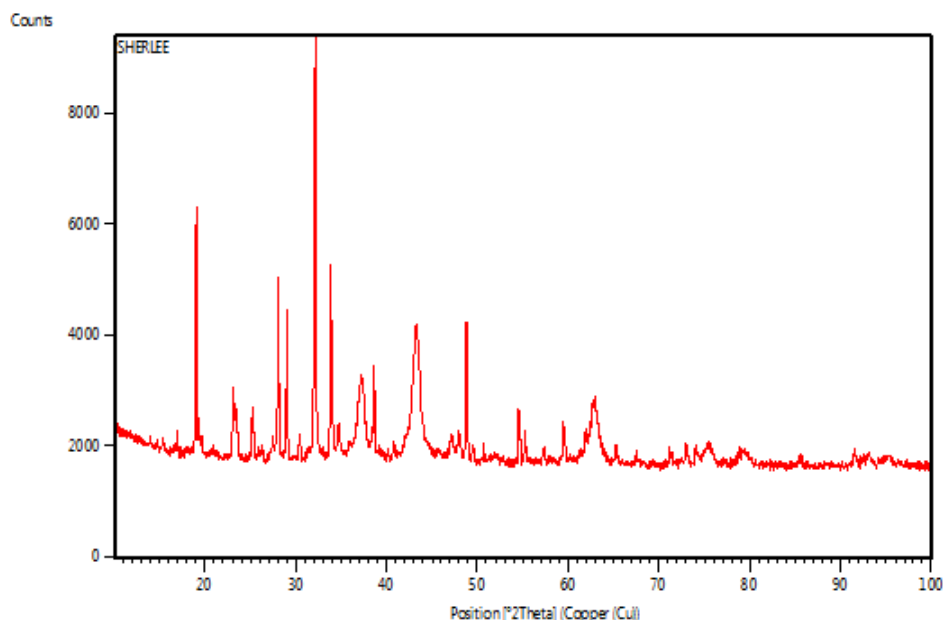
Gambar 25 adalah pola XRD powder nikel oksida yang didapatkan dengan menggunakan prekursor nikel asetat tetrahidrat. Pola XRD yang ditunjukkan dari sampel ini mempunyai

intensitas tertinggi dengan puncak yang khas pada sudut  $2\theta = 43,2$ . Puncak-puncak lainnya juga terdeteksi pada sudut  $2\theta = 27,8; 29,0; 33,8; 37,2; 39,9; 44,4; 62,7$  dan  $75,3$  dengan puncak yang tajam.

Dari pola XRD ini ditetapkan bahwa nikel oksida yang terbentuk adalah NiO dengan struktur kubik sesuai dengan JCPDS No. 01-071-4751 yang bercampur dengan natrium hidrogen karbonat hidrat ( $\text{Na}_3\text{H}(\text{CO}_3)_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ) dan nikel. Hal ini ditandai dengan terbentuknya puncak natrium hidrogen karbonat hidrat ( $\text{Na}_3\text{H}(\text{CO}_3)_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ) sesuai dengan data JCPDS No. 00-029-1447 dan logam Nikel (Ni) sesuai dengan JCPDS No. 01-078-7533. ( $\text{Na}_3\text{H}(\text{CO}_3)_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ) terbentuk karena setelah larutan  $\text{Ni}(\text{OH})_2$  distirer tidak disaring endapannya dan dicuci dengan aquades, melainkan langsung dengan menguapkan pelarutnya dengan menggunakan oven. Dengan mengukur FWHM (*Full Width at Half Maximum*) dari puncak dengan refleksi tertinggi (Gambar 25) didapatkan ukuran kristalnya sebesar 38,63 nm.

Ukuran kristal nikel oksida yang dihasilkan dengan menggunakan nikel asetat tetrahidrat adalah:

$$L = \frac{0.15405 \times 0.89}{(0.3346 \times 3.14 / 180) \times \cos(43.20 / 2)} = 38,63 \text{ nm}$$



Gambar 26. Pola XRD powder nikel oksida dengan prekursor nikel sulfat heksahidrat  
 Pola difraksi sinar-X bubuk nikel oksida yang dihasilkan dengan menggunakan prekursor nikel sulfat tetrahidrat dapat dilihat pada Gambar 26. Pola XRD yang ditunjukkan dari bubuk

nikel oksida ini memiliki intensitas tertinggi dengan puncak yang khas pada sudut  $2\theta = 32,1$ . Puncak-puncak lainnya juga terdeteksi pada sudut  $2\theta = 28,0; 29,0; 33,8; 37,1; 38,6; 43,2; 48,7; 54,5; 59,4$  dan  $62,9$ . dengan puncak yang tajam.

Dari pola XRD ini ditetapkan bahwa nikel oksida yang terbentuk adalah NiO dengan struktur monoklin sesuai dengan data JCPDS No.01-078-6794 yang bercampur dengan natrium sulfat ( $\text{Na}_2\text{SO}_4$ ) dan natrium karbonat sulfat. Hal ini ditandai dengan terbentuknya puncak natrium sulfat sesuai dengan data JCPDS No. 00-005-0631 dan senyawa natrium karbonat sulfat sesuai dengan JCPDS No. 00-024-1134. ( $\text{Na}_6(\text{CO}_3)(\text{SO}_4)_2$ ) terbentuk karena menggunakan prekursor garam sulfat dan pada saat pembentukan gel  $\text{Ni}(\text{OH})_2$  tidak disaring dan dicuci dengan aquades, tetapi langsung diuapkan metanol sebagai pelarutnya dengan menggunakan oven.

Ukuran kristal nikel oksida yang dihasilkan dengan menggunakan nikel sulfat heksahidrat adalah:

$$L = \frac{0.15405 \times 0.89}{(0.3936 \times 3.14 / 180) \times \cos(43.20 / 2)} = 32,84 \text{ nm}$$

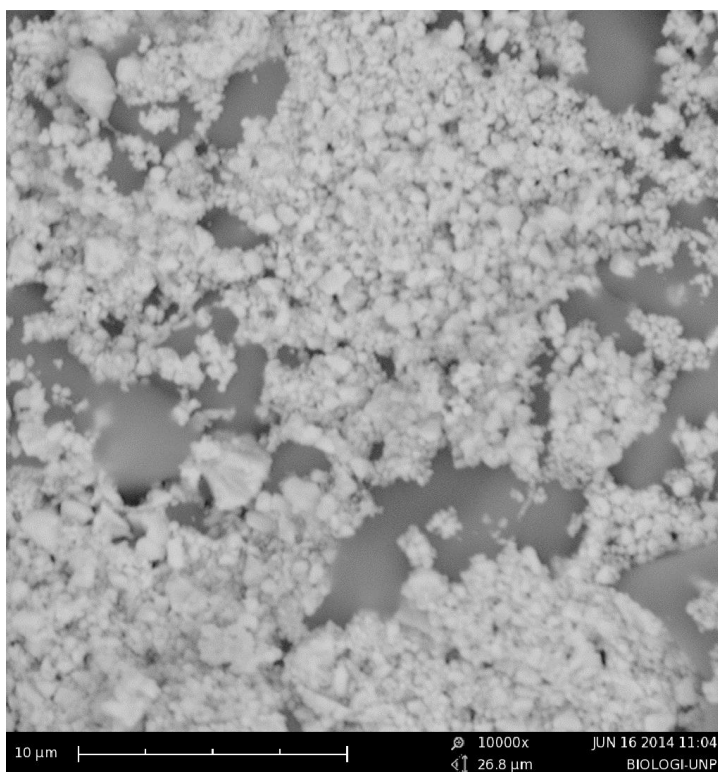
Dengan menggunakan persamaan Scherer diatas, dengan mengukur FWHM (*Full Width at Half Maximum*) dari puncak dengan refleksi tertinggi (Gambar 26) didapatkan ukuran kristalnya sebesar 32,84 nm.

Tabel 4. Ukuran kristal NiO berdasarkan Scherer's Formula

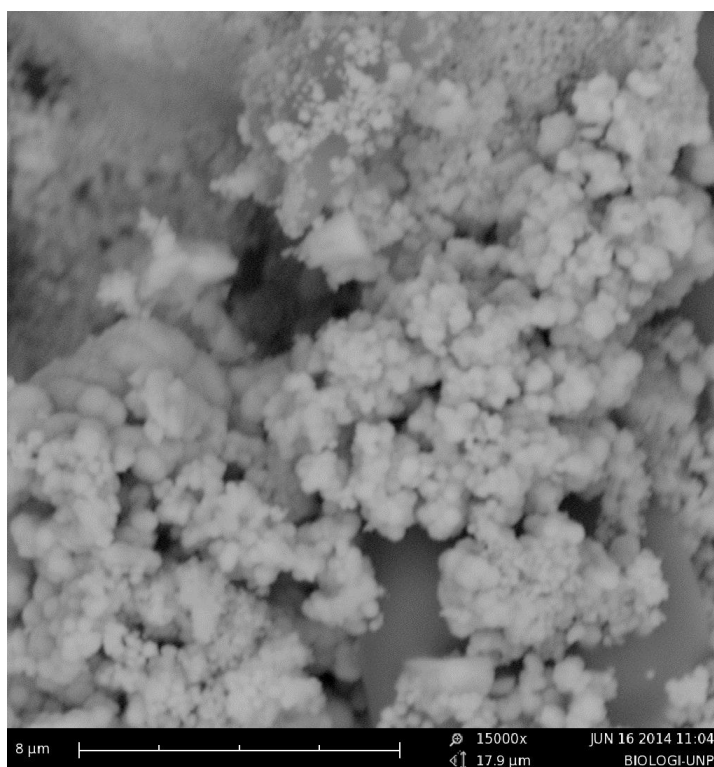
Prekursor	$2\theta$	FWHM	Ukuran kristal (L/nm)
Nikel nitrat heksahidrat	43,2	0,1791	72,16
Nikel asetat tetrahidrat	43,2	0,3346	38,63
Nikel sulfat heksahidrat	43,2	0,3936	32,84

#### 5.4.5 Scanning Electron Microscopy (SEM)

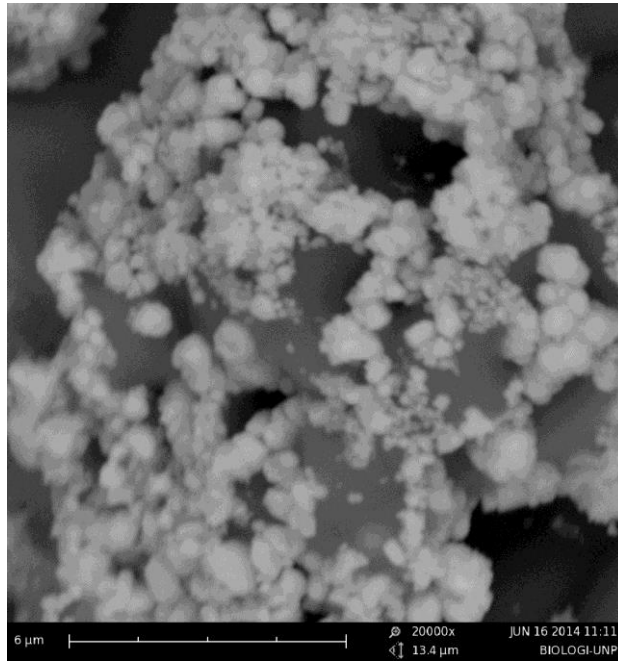
Analisis mikrostruktur pada sampel NiO dilakukan dengan menggunakan peralatan SEM yang bertujuan untuk mengetahui morfologi permukaan dan kecacatan permukaan sampel. Gambar 27, 28 dan 29 merupakan analisa sampel NiO dengan menggunakan prekursor nikel nitrat heksahidrat dengan perbesaran 10.000x, 15.000 x dan 20.000x.



Gambar 27. Foto SEM powder NiO dengan menggunakan nikel nitrat heksahidrat dengan perbesaran 10.000 x

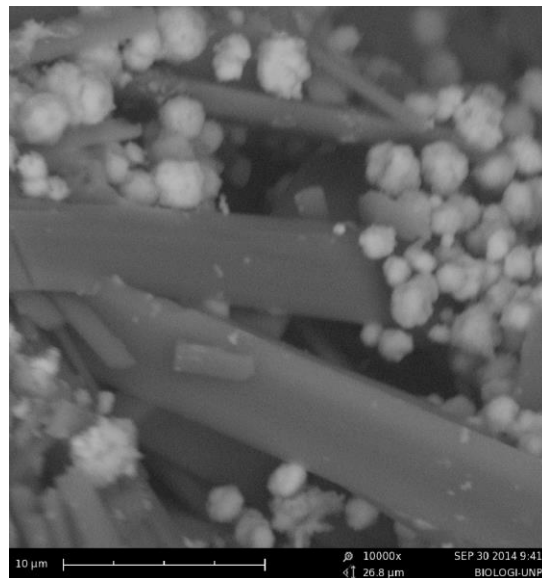


Gambar 28. Foto SEM powder NiO dengan menggunakan nikel nitrat heksahidrat dengan perbesaran 15.000 x



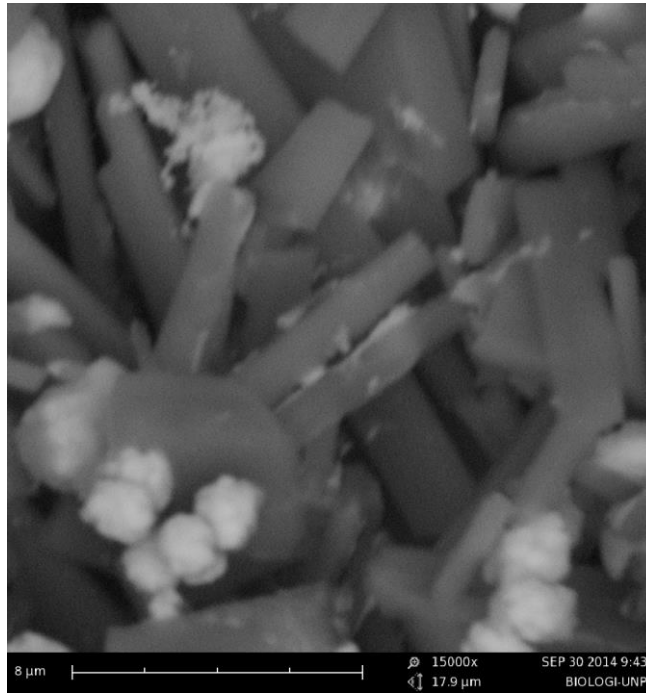
Gambar 29. Foto SEM powder NiO dengan menggunakan nikel nitrat heksahidrat dengan perbesaran 20.000 x

Dari hasil SEM untuk powder NiO dengan menggunakan prekursor nikel nitrat heksa hidrat, dimana powder NiO yang dihasilkan berbentuk spheric dengan ukuran yang sangat homogen (merata). Diameter krsital yang dihasilkan dengan menggunakan prekursor nikel nitrat heksahidrat ini adalah sekitar 0.01-0.1  $\mu\text{m}$ . Dengan ukuran yang sangat kecil ini, NiO yang dihasilkan dapat digunakan sebagai adsorben dan katalis.

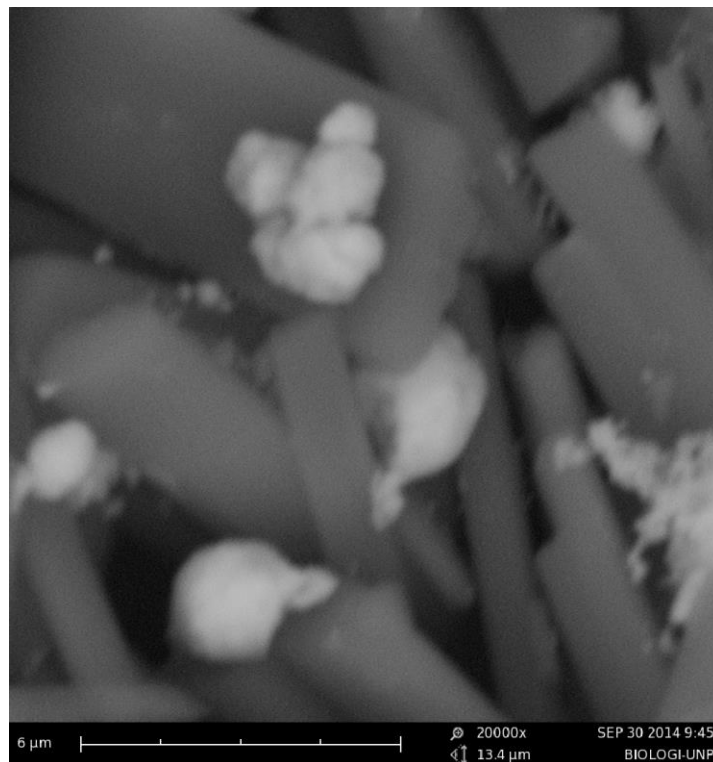


Gambar 30. Foto SEM powder NiO dengan menggunakan nikel asetat tetrahidrat dengan perbesaran 10.000 x





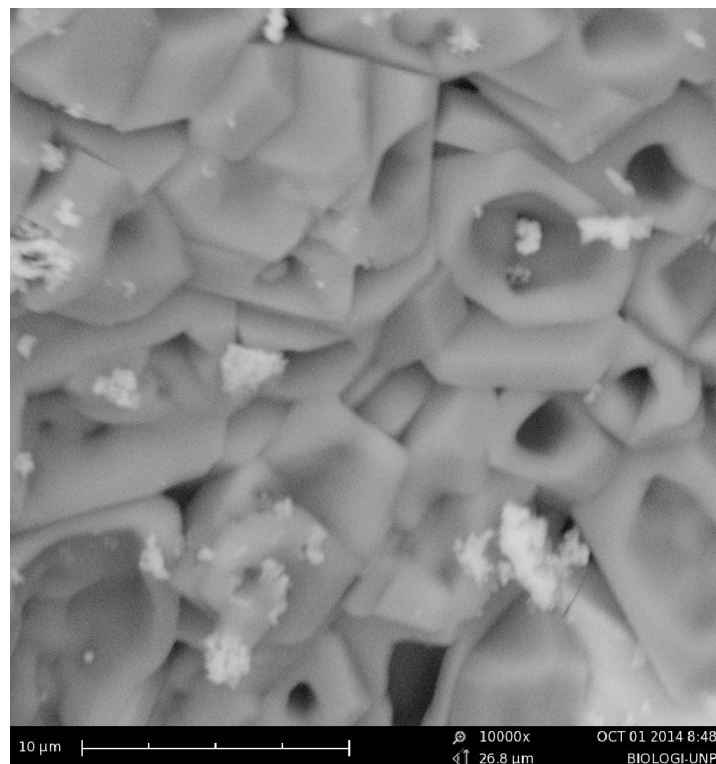
Gambar 31. Foto SEM powder NiO dengan menggunakan nikel asetat tetrahidrat dengan perbesaran 15.000 x



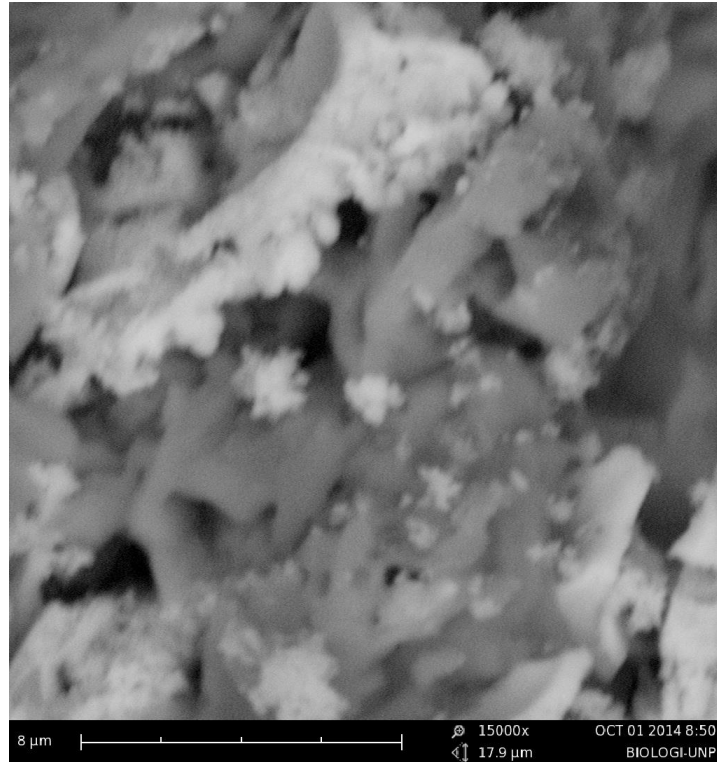
Gambar 32. Foto SEM powder NiO dengan menggunakan nikel asetat tetrahidrat dengan perbesaran 20.000 x

Powder NiO yang dihasilkan dengan menggunakan prekursor nikel asetat tetrahidrat juga dianalisis dengan menggunakan SEM. Sampel NiO ini dianalisis dengan SEM dengan menggunakan perbesaran 10.000x, 15.000 x dan 20.000x. Foto SEM untuk sampel bubuk NiO dengan menggunakan prekursor nikel asetat tetrahidrat ini dapat dilihat pada Gambar 30,31 dan 32. Dari hasil SEM untuk powder NiO dengan menggunakan prekursor nikel asetat tetrahidrat, dimana powder NiO yang dihasilkan berbentuk batang (rod) dan sedikit spheric dengan ukuran homogen (merata). Diameter krsital yang dihasilkan dengan menggunakan prekursor ini adalah sekitar 2 – 13  $\mu\text{m}$  dan panjang kristalnya sekitar 1 - 6  $\mu\text{m}$ .

Analisis SEM untuk powder NiO yang disintesis dengan menggunakan nikel sulfat heksahidrat dengan pelarut metanol dan dikalsinasi pada suhu 450 °C juga dianalisis dengan SEM untuk menentukan morfologi permukaan NiO yang dihasilkan. Hasil Foto SEM untuk sampel NiO dengan menggunakan prekursor nikel sulfat heksahidrat dapat dilihat pada Gambar 33, 34 dan 35 dengan perbesaran yang bervariasi yakni 10.000x, 15.000 x dan 20.000x. Dari hasil foto SEM ini bentuk morfogi permukaan sampel NiO adalah bentuk bongkahan (bulk) dengan adanya rongga pada permukaannya. Morfologi permukaan agak merata (homogen). Ukuran kristalnya pada permukaannya itu adalah sekitar 1 - 10  $\mu\text{m}$ . material NiO ini dapat digunakan sebagai adsorben dan katalis.



Gambar 33. Foto SEM powder NiO dengan menggunakan nikel sulfat heksahidrat dengan perbesaran 10.000 x



Gambar 34. Foto SEM powder NiO dengan menggunakan nikel sulfat heksahidrat dengan perbesaran 15.000 x



Gambar 35. Foto SEM powder NiO dengan menggunakan nikel sulfat heksahidrat dengan perbesaran 20.000 x

## BAB VI. Simpulan dan Saran

### 6.1 Simpulan

Dari hasil penelitian ini dapat disimpulkan beberapa hal sebagai berikut:

1. NiO dapat disintesis dengan menggunakan metoda sol-gel menggunakan nikel nitrat heksahidrat, nikel asetat tetrahidrat, nikel sulfat heksahidrat dan nikel klorida heksahidrat sebagai variasi prekursor, metanol sebagai pelarut dan NaOH 5 M sebagai *precipitation agent*.
2. Penggunaan prekursor yang bervariasi mempengaruhi bentuk kristal dan ukuran kristal NiO yang dihasilkan.
3. Dari hasil TGA/DTA, suhu pembentukan NiO dimulai pada suhu 400 °C
4. Analisis XRF untuk sampel NiO yang dihasilkan dengan menggunakan prekursor nikel nitrat heksahidrat didapatkan komposisi NiO sekitar 96,90%.
5. Analisis FTIR, didapatkan pada bilangan gelombang 400 cm<sup>-1</sup> ikatan Ni–O.
6. Bentuk kristal NiO yang dihasilkan dengan menggunakan nikel nitrat heksahidrat adalah berbentuk spheric dengan struktur kubik.
7. Bentuk kristal NiO yang dihasilkan dengan menggunakan nikel asetat tetrahidrat adalah bentuk batang (rod) dengan struktur kubik.
8. Bentuk kristal NiO yang dihasilkan dengan menggunakan nikel sulfat heksahidrat adalah bentuk bongkahan (bulk) dengan struktur monoklin.
9. Dengan menggunakan persamaan Scherer, ukuran kristalin NiO yang dihasilkan dengan menggunakan nikel nitrat heksahidrat adalah sekitar 72,16 nm, dengan prekursor nikel asetat tetrahidrat sekitar 38,63 nm dan dengan prekursor nikel sulfat heksahidrat sekitar 32,84 nm.
10. Morfologi powder NiO dengan prekursor nikel nitrat heksahidrat dengan menggunakan SEM memberikan morfologi spheric dengan ukuran diameter kristal adalah sekitar 0.01-0.1 µm.
11. Morfologi powder NiO dengan prekursor nikel asetat tetrahidrat dengan menggunakan SEM memberikan morfologi batang (rod) dengan ukuran diameter kristal adalah 2 – 13 µm dan panjang kristalnya sekitar 1 - 6 µm.
12. Morfologi powder NiO dengan prekursor nikel sulfat heksahidrat dengan menggunakan SEM memberikan morfologi bongkahan (bulk) dengan ukuran sekitar 1 - 10 µm.

**a. Saran**

Disarankan bagi peneliti selanjutnya:

1. Mempelajari pengaruh konsentrasi NaOH yang digunakan sebagai agent precipitation.
2. Menyaring endapan Ni(OH)<sub>2</sub> yang dihasilkan terlebih dahulu sebelum diuapkan pelarutnya.
3. Mencuci endapan yang terbentuk dengan aquadest

## Daftar Pustaka

- Aneesh, P.M., K.A. Vanaja., M.K. Jayaraj. 2007. *Nanophotonic Materials IV of SPIE proc.* Vol. 6639, pp: 2.
- B. Xia, I.W. Lenggoro, K. Okuyama. 2001. Novel route to nanoparticle synthesis by salt assisted aerosol decomposition., *Adv. Mater.* 13, 1579-1582.
- C.X. Xu, X.W. Sun, B.J. Chen, P. Shum, S. Li, X. Hu. 2004. *J. Appl. Phys* Vol. 95 pp: 661.
- F.Q. He, Y.P. Zhao, 2006. *Appl. Phys. Lett.* Vol. 88, pp: 193113
- Giri, P.K., B. Chetia., Satchi Kumari., Diip K. Singh., P.K. Iyer. 2011. *J. of Nanoscience and Nanotechnology* Vol.11. pp: 1-2.
- G.Yi and M. Sayer. 1991. *Sol-Gel Processing of Complex Oxide Films, Ceramic Bulletin,* Vol. 70, pp: 1281-1287.
- H. Kominami, M. Kohno, Y. Takada, M. Inoue, T. Inui, Y. Kera. 1999. Hydrolysis of titanium alkoxide in organic solvent at high temperatures: A new synthetic Method for nanosized, thermally stable Titanium(IV) Oxide., *Ind. Eng. Chem. Res.* 38, 3925-3931.
- J. Tang, J. Fabbri, R.D. Robinson, Y. Zhu, I.P. Herman, M.L. Steigerwald, L.E. Brus. 2004. Solid-Solution Nanoparticles: Use of a nonhydrolytic solgel synthesis to prepare HfO<sub>2</sub> and Hf<sub>x</sub>Zr<sub>1-x</sub>O<sub>2</sub> nanocrystals., *Chem. Mater.* 16, 1336-1342
- K.M. Dooley, S.Y. Chen., J.R.H. Ross. 1994. Stable nickel-containing catalysts for the oxidative coupling of methane., *J. Catal.* 145, 402-408.
- Mackay, K.M., R.A. Mackay, and W. Handerson. 2000. *“Introduction to Modern Inorganic Chemistry”*, 6 th Edition, Neson Thomas Ltd, London.
- Mackenzie, J.D. 1982. *“Glasses from Metal and Glasses from Gel a Comparison”*, *J. Non. Cryst Solids*, pp: 1-10.
- Mackenzie J.D and D.R. Ulrich,. 1984. *“Ultrastructure Processing of Advanced Ceramics”*. Willey, New York, pp: 15-17.
- M. Aslam, L. Fu, M. Su, K. Vijayamohanan, V.P. Dravid. 2004. Novel one-step synthesis of amine-stabilized aqueous colloidal gold nanoparticles., *J. Mater. Chem.* 14, 1795-1797

- M. Guiglielmi and G. Carturan. 1998. Precursor for Sol-Gel Preparation. *J. Non Cryst. Solids*, Vol. 100, pp: 16-30.
- M. Niederberger, N. Pinna, J. Polleux, M. Antonietti. 2004. A general soft-chemistry Route to perovskites and related materials: synthesis of BaTiO<sub>3</sub>, BaZrO<sub>3</sub>, and LiNbO<sub>3</sub> nanoparticles., *Angew. Chem. Int. Ed.* 43, 2270-2273.
- M. Matsumiya, F. Qiu, W. Shin, N. Izu, N. Murayama, S. Kanzaki. 2002. Thin-film Li doped NiO for thermoelectric hydrogen gas sensor., *Thin Solid Films*. 419, 213-217.
- M.Z.-C. Hu, M.T. Harris, C.H. Byers. 1998. Nucleation and growth for synthesis of nanometric zirconia particles by forced hydrolysis., *J. Colloid Interf. Sci.* 198, 87-99.
- L. Daza, C.M. Rangel, J. Baranda, M.T. Casais, M.J. Martínez, J.A. Alonso. 2000. Modified nickel oxides as cathode materials for MCFC., *J. Power Sources*. 86, 329-333.
- P. Gabbott, Ed. 2008. *Principles and Application of Thermal Analysis*. Blackwell.
- P.G. McCormick, T. Tsuzuki, J.S. Robinson, J. Ding. 2001. Nanopowders synthesized by mechanochemical processing., *Adv. Mater.* 13, 1008-1010.
- Sakka. 1994. The Current State of Sol-Gel Technology., *J. Of Sol-Gel Science and Technology*. Vol.70., pp: 69-81.
- Shriwas S Ashtaputre., Aparna D., Sonali M, et al. 2005. *Indian Academy of Science*. Vol. 65 No. 4, pp: 615-616
- Sibilia, P. 1996. "A Guide to Materials Characterization and Chemical Analysis I", 2nd ed. Wiley-VCH, USA, pp:143-174.
- S. Sun. 2006. Recent advances in chemical synthesis, self-assembly, and applications of FePt nanoparticles., *Adv. Mater.* 18, 393-403.
- T. Hyeon. 2003. Chemical synthesis of magnetic nanoparticles., *Chem. Commun* 927-934
- Ullmans. 1987. Encyclopedia of Industrial Chemistry, Vol. A.10, Cambridge, New York, USA, pp: 3-6.
- Weller, M.T. 1994. "Inorganic Materials Chemistry". Oxford University Press, Tokyo, pp: 15-25.
- West, A.R. 1988. "Solid State Chemistry and Its Applications". Jhon Willey and Ltd, New York, pp: 65-75.

- Y. Wang, J. Zhu, X. Yang, L. Lu, X. Wang. 2005. Preparation of NiO nanoparticles and their catalytic activity in the thermal decomposition of ammonium perchlorate., *Thermochim. Acta.* 437, 106-109.
- Y-W. Jun, J-H. Lee, J. Cheon. 2008. Chemical design of nanoparticle probes for high performance magnetic resonance imaging., *Angew. Chem., Int. Ed.* 47, 5122–5135.