

Sains Teknologi dan Rekayasa

LAPORAN PENELITIAN MANDIRI



SINTESIS DAN KARAKTERISASI NANOPARTIKEL NiO DOPED LOGAM (Cu, Fe,
Zn dan Cd) MELALUI PROSES SOL-GEL

Oleh:

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

JURUSAN KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS NEGERI PADANG

2015

LAPORAN PENELITIAN MANDIRI



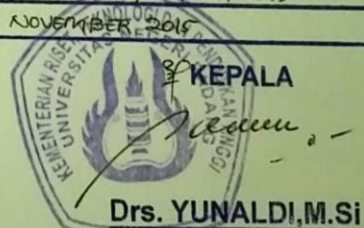
SINTESIS DAN KARAKTERISASI NANOPARTIKEL NiO DOPED LOGAM (Cu, Fe, Zn dan Cd) MELALUI PROSES SOL-GEL

Oleh:

Sherly Kasuma Warda Ningsih, S.Si, M.Si (NIDN 3014098102)

PERPUSTAKAAN UNIV. NEGERI PADANG
TELAH TERDAFTAR

JUDUL : SINTESIS DAN KARAKTERISASI NANOPARTIKEL NiO DOPED LOGAM (Cu, Fe, Zn dan Cd) ...
PENGARANG : SHERLY KUSUMA WARDA NINGSIH
JENIS : LAPORAN PENELITIAN
NOMOR : 225/UN.35.13/PK/K1/2015
TANGGAL : 30 NOVEMBER 2015



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

JURUSAN KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS NEGERI PADANG

2015

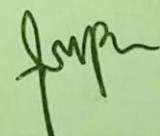
**HALAMAN PENGESAHAN
LAPORAN HASIL PENELITIAN MANDIRI**

1. Judul Penelitian : Sintesis dan Karakterisasi Nanopartikel NiO Doped Logam (Cu, Fe, Zn dan Cd) 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
4. Jumlah Anggota Peneliti : -
5. Lokasi Penelitian : Laboratorium Kimia Anorganik FMIPA UNP

Mengetahui
Kepala FMIPA UNP

(Prof. Dr. H. Lufri, M.S)
NIP. 19610510 198703 1 020

Padang, Oktober 2015
Peneliti


(Sherly Kasuma W.N, S.Si, M.Si)
NIP. 19840914 200812 2 004

Menyetujui,
Kepala Lembaga Penelitian
Universitas Negeri Padang

(Dr. A. Iwen Bentri, M.Pd)
NIP. 19610722 198602 1 002

DAFTAR ISI

Halaman

DAFTAR ISI	i
ABSTRAK	1
BAB I. Pendahuluan	2
1.1. Latar Belakang	2
1.2. Perumusan Masalah	3
BAB II. Tinjauan Pustaka	4
2.1. Nikel Oksida (NiO).....	4
2.2. Nikel (II) nitrat heksahidrat	4
2.3. Nikel (II) asetat tetrahidrat.....	5
2.4. Metanol	5
2.5. Proses Sol-Gel.....	6
2.6. X-Ray Diffraction (SRD).....	9
2.7. Scanning Electron Microscopy (SEM)	11
BAB III. Metode Penelitian	13
BAB IV. Hasil dan Pembahasan	16
4.1 Pembuatan Larutan Homogen.....	16
4.2 Pengeringan Gel.....	19
4.3 Kalsinasi Gel	22
4.4 Karakterisasi	22
4.4.1 Difraksi Sinar-X (XRD).....	22
4.4.2 Scanning Electron Microscopy (SEM)	28
BAB V. Simpulan dan Saran	32
5.1 Simpulan	32
5.2 Saran	32
Daftar Pustaka	33

DAFTAR GAMBAR

	Halaman
Gambar 1. Nikel (II) asetat dihidrat.....	5
Gambar 2. Struktur metanol.....	5
Gambar 3. Bagan proses sol-gel	7
Gambar 4. Diagram alat difraksi sinar-X.....	10
Gambar 5. Peralatan SEM.....	11
Gambar 6. Gel NiO doped Cu (Cu asetat)	17
Gambar 7. Sol NiO doped Cu (Cu nitrat trihidrat)	17
Gambar 8. Sol NiO doping Zn.....	18
Gambar 9. Sol NiO doped Fe.....	18
Gambar 10. Sol NiO doped logam Cd.....	19
Gambar 11. Gel NiO doped logam Cu (Cu asetat)	20
Gambar 12. Gel NiO doped logam Cu (Cu nitrat	20
Gambar 13. Gel NiO doped logam Zn.....	21
Gambar 14. Gel NiO doped logam Fe	21
Gambar 15. Gel NiO doped logam Cd.....	22
Gambar 16. Pola XRD bubuk NiO doped logam Cu (menggunakan Precursor Cu asetat)	23
Gambar 17. Pola XRD NaNO ₃	24
Gambar 18. Pola XRD NaNO ₃	25
Gambar 19. Pola XRD bubuk NiO doped logam Zn.....	26
Gambar 20. Pola XRD bubuk NiO doped logam Cd.....	27
Gambar 21. Foto SEM bubuk doped logam Cu dengan perbesaran 500 x	28
Gambar 22. Foto SEM bubuk doped logam Cu dengan perbesaran 5000 x	29
Gambar 23. Foto SEM bubuk doped logam Cu dengan perbesaran 10.000 x	29

Gambar 24. Foto SEM bubuk doped logam Zn dengan perbesaran 500x	30
Gambar 25. Foto SEM bubuk doped logam Zn dengan perbesaran 5000x	30
Gambar 26. Foto SEM bubuk doped logam Zn dengan perbesaran 10.000x	31

DAFTAR TABEL

	Halaman
Tabel 1. Hasil pengamatan secara visual pembuatan larutan nikel oksida doped logam Cu, Fe, Zn dan Cd	16
Tabel 2. Hasil pengamatan larutan secara visual setelah pengeringan dengan oven.....	19

ABSTRAK

Telah dilakukan penelitian sintesis nikel oksida (NiO) doped logam Cu, Zn, Fe dan Cd dengan menggunakan metoda sol-gel. Pelarut yang digunakan adalah metanol dan larutan NaOH 5M sebagai *agent precipitation*. Pada penelitian ini dilakukan variasi penambahan doping yakni dengan menggunakan prekursor atau bahan dasar nikel asetat tetrahidrat, tembaga asetat, zink nitrat, Fe nitrat dan cadmium asetat. Powder NiO doped logam Fe, Cu, Zn dan Cd didapatkan dengan pengeringan larutan yang dilakukan pada suhu 100-110 °C selama 1 jam dan dilanjutkan dengan kalsinasi pada suhu ± 550 °C selama ± 1 jam untuk masing-masing prekursor. Powder NiO dikarakterisasi dengan menggunakan XRD untuk melihat struktur kristal dan ukuran kristal. Kristal NiO doped Cu, Fe, Zn dan Cd yang dihasilkan masih bercampur dengan senyawa lain. Mikrograf SEM memperlihatkan morfologi NiO berbentuk *spheric*, *rod* (batangan) dan bongkahan (*bulk*).

Key Words: NiO nanopartikel, sol-gel, doped, agent precipitation, kalsinasi, spheric

BAB I

Pendahuluan

1.1 Latar Belakang

Penelitian mengenai oksida dari logam transisi akhir-akhir ini sangat berkembang pesat. Hal ini dikarenakan oksida logam transisi memiliki sifat elektronik, magnetik, dan sangat banyak 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*). Selain itu kristalinitas produk yang dihasilkan kurang bagus. Metoda ini membutuhkan peralatan yang lebih kompleks dan harga yang mahal.

Dalam penelitian ini, akan dibuat nanopartikel NiO yang didoping dengan logam Cu, Fe, Zn dan Cd menggunakan proses sol-gel. Proses sol-gel merupakan suatu metoda pembuatan 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 logam doping yakni dengan menggunakan variasi logam doping menggunakan prekursor diantaranya adalah nikel asetat tetrahidrat, tembaga asetat, zink nitrat, Fe nitrat dan cadmium asetat. Larutan NaOH sebagai penstabil (*dissolution agent*).

1.2 Perumusan Masalah

Dari penelitian yang diketahui sebelumnya bahwa pembuatan NiO doped logam Cu, Fe, Zn dan Cd belum dilakukan dengan nikel (II) asetat tetrahidrat dengan rumus $\text{Ni}(\text{OCOCH}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$. Oleh karena itu perlu dilakukan penelitian dengan rumusan masalah sebagai berikut:

1. Apakah nanokristal NiO doped logam Cu, Fe, Zn dan Cd dapat terbentuk dengan menggunakan metanol sebagai pelarut?
2. Bagaimana struktur kristal dengan menggunakan XRD?
3. Bagaimana morfologi permukaan Kristal yang dihasilkan menggunakan SEM?

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 O²⁻. 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(NO₃)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(NO₃)₂ · 6H₂O dengan massa molekul relatif sebesar 290,79 g/mol, padatan yang berwarna hijau emerald dengan sifat higroskopis, tidak berbau, densitas sekitar 2,05 g/cm³, titik leleh 56,7 °C, titik didih 136,7 °C, larut dalam air dan alkohol. Penulisan nikel nitrat heksahidrat terdiri-dari dua yaitu Ni(NO₃)₂ · 6H₂O dan [Ni(H₂O)₆](NO₃)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) asetat tetrahidrat

Nikel aetat merupakan nama senyawa organik dengan rumus $\text{Ni}(\text{CH}_3\text{COO})_2 (\text{H}_2\text{O})_n$. 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 $1,798 \text{ g/cm}^3$ dan tetrahidratnya $1,744 \text{ g/cm}^3$, terdekomposisi jika dipanaskan, larut dalam metanol dan tidak larut dalam dietil eter dan n-oktanol.



Gambar 1. Nikel (II) asetat tetrahidrat

2.6 Metanol

Metanol dikenal juga dengan metil alkohol merupakan senyawa kimia dengan rumus kimia CH_3OH . 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 2. Struktur metanol

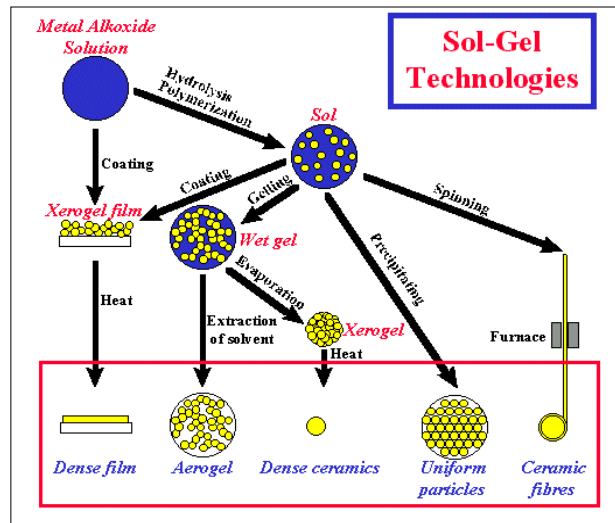
2.7 Proses Sol-Gel

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 3. 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 Å (*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 menjerat 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:

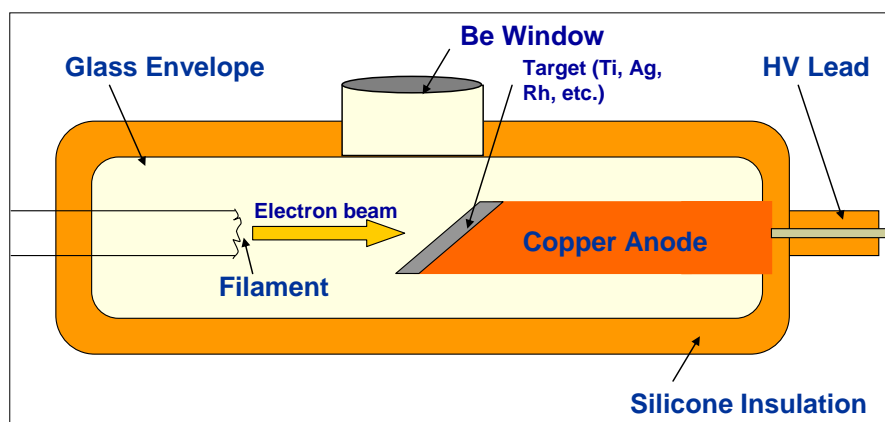
n = orde difraksi (bilangan bulat)

λ = panjang gelombang sinar yang sefasa

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

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 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 4. 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)

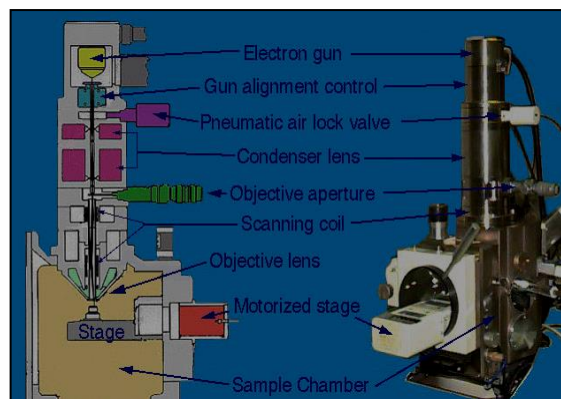
SEM merupakan metoda analisis yang digunakan untuk mengkarakterisasi permukaan sampel. Pada dasarnya analisis permukaan melibatkan radiasi permukaan dengan sumber energi (foton, elektron atau ion) yang cukup untuk menembus dan menimbulkan beberapa transisi yang menghasilkan emisi dari permukaan berkas 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 5. 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).

BAB III

Metode Penelitian

Penelitian ini dilakukan di Laboratorium Kimia Anorganik, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Negeri Padang, pada bulan April- Agustus 2015. Karakterisasi SEM dilakukan di Jurusan Biologi FMIPA, Universitas Negeri Padang dan XRD dilakukan di Jurusan Fisika, 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) asetat tetrahidrat dengan rumus $\text{Ni}(\text{OCOCH}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$, tembaga asetat, tembaga nitrat trihidrat, zink nitrat tetrahidrat, besi (III) nitrat dekahidrat dan cadmium asetat dihidrat. 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).

Pembuatan larutan homogen

1. Pembuatan larutan homogen NiO doped logam Cu (Cu asetat)
20 mL metanol ditambahkan kedalam 4,98 g nikel asetat tetrahidrat sambil diaduk dengan stirrer pada suhu kamar selama ± 40 menit. 20 mL metanol ditambahkan kedalam 4 g Cu asetat sambil diaduk dengan stirrer pada suhu kamar selama ± 40 menit. Setelah itu kedua larutan dicampurkan dan tetap diaduk dan dilanjutkan dengan penambahan NaOH 5 M sebanyak 2 mL, larutan tetap sambil diaduk dengan stirrer sampai $\pm 1,5$ jam.
2. Pembuatan larutan homogen NiO doped logam Cu (Cu nitrat)
20 mL metanol ditambahkan kedalam 3,0 g g nikel nitrat heksahidrat sambil diaduk dengan stirrer pada suhu kamar selama ± 40 menit. 20 mL metanol ditambahkan kedalam 2,42 g Cu nitrat trihidrat sambil diaduk dengan stirrer pada suhu kamar selama ± 40 menit. Setelah itu kedua larutan dicampurkan dan tetap diaduk dan dilanjutkan dengan penambahan NaOH 5 M sebanyak 2 mL, larutan tetap sambil diaduk dengan stirrer sampai $\pm 1,5$ jam.
3. Pembuatan larutan homogen NiO doped logam Zn
20 mL metanol ditambahkan kedalam 3,0 g g nikel nitrat heksahidrat sambil diaduk dengan stirrer pada suhu kamar selama ± 40 menit. 20 mL metanol ditambahkan kedalam 2,62 g zink nitrat tetrahidrat sambil diaduk dengan stirrer pada suhu kamar selama ± 40

menit. Setelah itu kedua larutan dicampurkan dan tetap diaduk dan dilanjutkan dengan penambahan NaOH 5 M sebanyak 2 mL, larutan tetap sambil diaduk dengan stirrer sampai $\pm 1,5$ jam.

4. Pembuatan larutan homogen NiO doped logam Fe

20 mL metanol ditambahkan kedalam 3,0 g g nikel nitrat heksahidrat sambil diaduk dengan stirrer pada suhu kamar selama ± 40 menit. 20 mL metanol ditambahkan kedalam 4,04 g Fe nitrat dekahidrat sambil diaduk dengan stirrer pada suhu kamar selama ± 40 menit. Setelah itu kedua larutan dicampurkan dan tetap diaduk dan dilanjutkan dengan penambahan NaOH 5 M sebanyak 2 mL, larutan tetap sambil diaduk dengan stirrer sampai $\pm 1,5$ jam.

5. Pembuatan larutan homogen NiO doped logam Cd

20 mL metanol ditambahkan kedalam 2,48 g nikel asetat tetrahidrat sambil diaduk dengan stirrer pada suhu kamar selama ± 40 menit. 20 mL metanol ditambahkan kedalam 2,66 g Cd asetat dihidrat sambil diaduk dengan stirrer pada suhu kamar selama ± 40 menit. Setelah itu kedua larutan dicampurkan dan tetap diaduk dan dilanjutkan dengan penambahan NaOH 5 M sebanyak 2 mL, larutan 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 ± 1 jam sehingga terbentuk gel.

Kalsinasi sampel

Powder kering yang terbentuk dimasukkan ke dalam *furnace* dan dikalsinasi pada temperatur ± 550 °C selama ± 1 jam.

Melakukan Karakterisasi sampel NiO

Untuk melihat struktur kristal bubuk NiO doped logam Cu, Zn, Fe dan Cd dikarakterisasi dengan XRD menggunakan monokromator grafit dengan radiasi $\text{CuK}\alpha$. 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.

Mikrostruktur sampel dikarakterisasi dengan menggunakan SEM, analisa ini dilakukan di Jurusan Biologi FMIPA UNP.

BAB IV

Hasil dan Pembahasan

4.1 Pembuatan Larutan Homogen

Sintesis NiO doped logam Cu, Fe, Zn dan Cd telah dilakukan dengan menggunakan proses sol-gel. Pengamatan dilakukan setelah pengadukan menggunakan *magnetic stirrer* selama ± 1 jam. Pengadukan ini bertujuan untuk membantu kelarutan precursor dalam pelarut metanol. NaOH 5 M digunakan untuk zat pengendap (*agent precipitation*). Penambahan NaOH dilakukan setelah prekursor larut dalam pelarut metanol. Hasil pengamatan secara visual pembuatan larutan nikel oksida doped logam Cu, Fe, Zn dan Cd dapat dilihat pada Tabel 1 dan Gambar 6-10.

Tabel 1. Hasil pengamatan secara visual pembuatan larutan nikel oksida doped logam Cu, Fe, Zn dan Cd

Perlakuan	Pengamatan
Nikel asetat + Cu Asetat	Nikel asetat tetrahidrat dilarutkan dengan metanol dan distirer ± 30 menit menghasilkan larutan hijau toska dan nikel nitrat mudah larut dalam metanol. Setelah itu dilarutkan tembaga asetat dalam metanol dan sambil diaduk ± 30 menit. Kemudian kedua larutan tersebut dicampurkan dan tetap disitrer selama ± 60 menit, setelah itu ditambahkan larutan NaOH 5 M.
Nikel nitrat + Cu nitrat	Sol nikel nitrat dibuat dengan melarutkan dalam metanol dan sol cu asetat dibuat juga dengan melarutkan dalam pelarut metanol. Sol berwarna hijau terang dan biru muda. Kedua sol digabungkan dan diaduk selama ± 60 menit dan dilanjutkan dengan penambahan NaOH 5 M.
Nikel nitrat + zink nitrat	Sol nikel nitrat dibuat dengan melarutkan dalam metanol dan sol zink nitrat dibuat juga dengan melarutkan dalam pelarut metanol. Sol nikel nitrat berwarna hijau terang dan sol zink nitrat adalah bening. Kedua sol digabungkan dan diaduk selama ± 60 menit dan dilanjutkan dengan penambahan NaOH 5 M.
Nikel nitrat + Fe nitrat	Sol nikel nitrat dibuat dengan melarutkan dalam metanol dan sol Fe nitrat dibuat juga dengan melarutkan dalam pelarut metanol. Sol nikel nitrat berwarna hijau terang dan sol Fe nitrat merah darah. Kedua sol digabungkan dan diaduk selama ± 60 menit dan dilanjutkan dengan penambahan NaOH 5 M.

Nikel asetat + Cd asetat

Sol nikel asetat dibuat dengan melarutkan dalam metanol dan sol Cd asetat dibuat dengan melarutkan dalam pelarut metanol. Kedua sol digabungkan dan diaduk selama ± 60 menit dan dilanjutkan dengan penambahan NaOH 5 M.



Gambar 6. Gel NiO doped Cu (Cu asetat)



Gambar 7. Sol NiO doped Cu (Cu nitrat trihidrat)



Gambar 8. Sol NiO doping Zn



Gambar 9. Sol NiO doped Fe



Gambar 10. Sol NiO doped logam Cd

4.2 Pengeringan sol

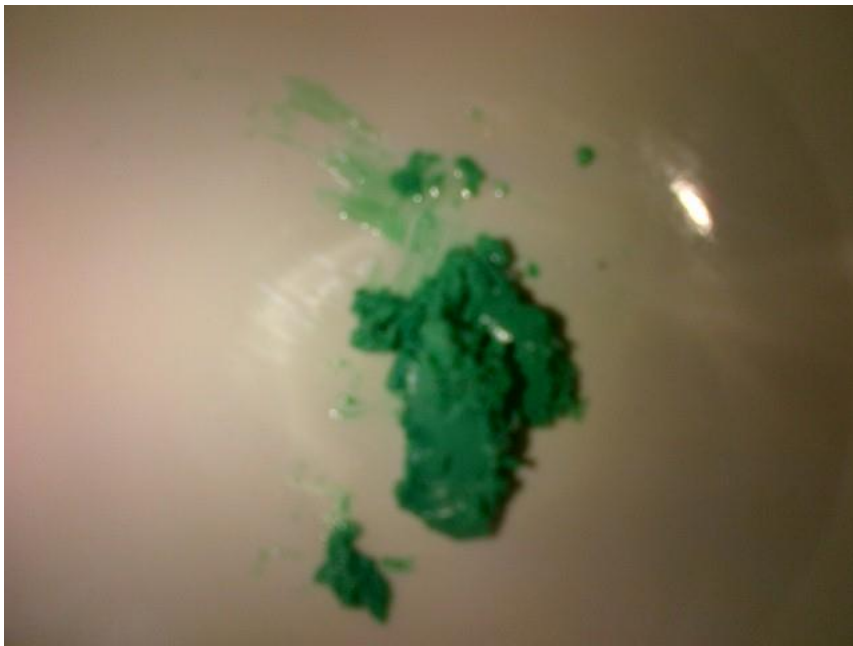
Sol NiO doped Cu, Fe, Zn dan Cd dikeringkan dalam oven pada temperatur 100-110 °C selama ± 1 jam. Pengeringan ini bertujuan untuk menguapkan pelarutnya. Secara teoritis metanol menguap pada suhu 64,7 °C. Hasil pengamatan larutan secara visual setelah pengeringan dengan oven dapat dilihat pada Tabel 2 dan Gambar 11-15.

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

Variasi	Pengamatan
Nikel asetat + Cu Asetat	Terbentuk gel warna hijau tua, pelarutnya cepat menguap, gelnnya gomogen
Nikel nitrat + Cu nitrat	Terbentuk gel hijau muda dan metanol cepat menguap, gel yang dihasilkan lebih halus
Nikel nitrat + zink nitrat	Pelarut sukar menguap dan menghasilkan gel hijau toska, gelnnya agak kasar
Nikel nitrat + Fe nitrat	Pelarut sukar menguap dan dihasilkan gel berwarna merah
Nikel asetat + Cd asetat	Pelarut mudah menguap dan dihasilkan gel berwarna hijau



Gambar 11. Gel NiO doped logam Cu (Cu asetat)



Gambar 12. gel NiO doped Cu (Cu nitrat)



Gambar 13. gel NiO doped Zn



Gambar 14. gel NiO doped logam Fe



Gambar 15. gel NiO doped Cd

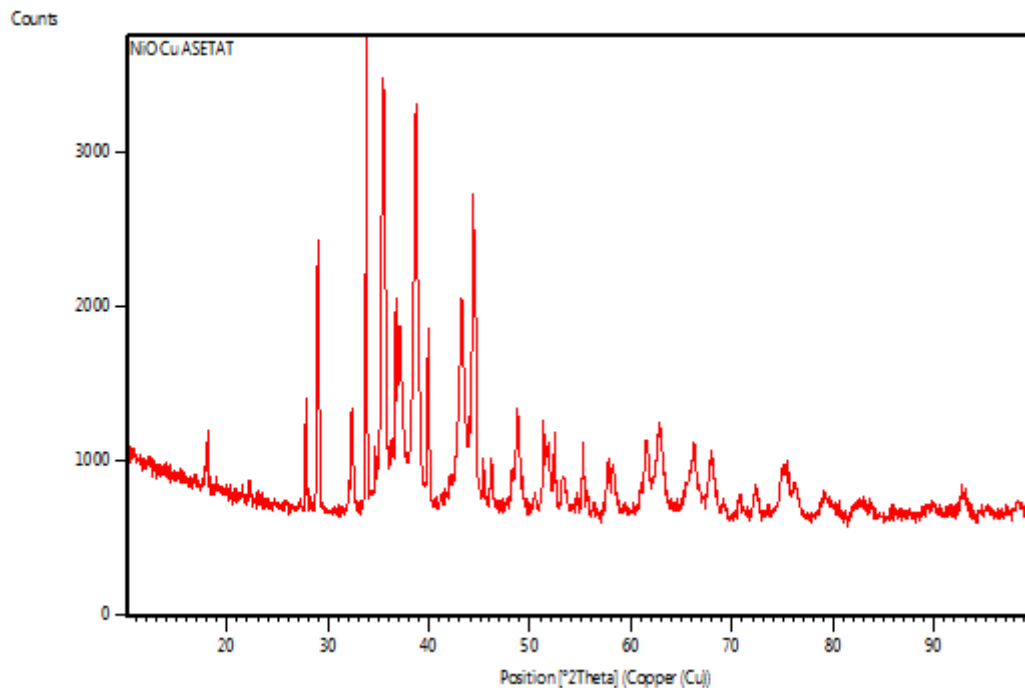
4.3 Kalsinasi gel

Gel yang didapatkan setelah pengeringan dengan oven, dikalsinasi pada suhu ± 550 °C selama ± 1 jam menggunakan *furnace*. Dengan kalsinasi pada suhu tinggi ini dihasilkan bubuk NiO doped logam Cu, Fe, Zn dan Cd.

4.4 Karakterisasi

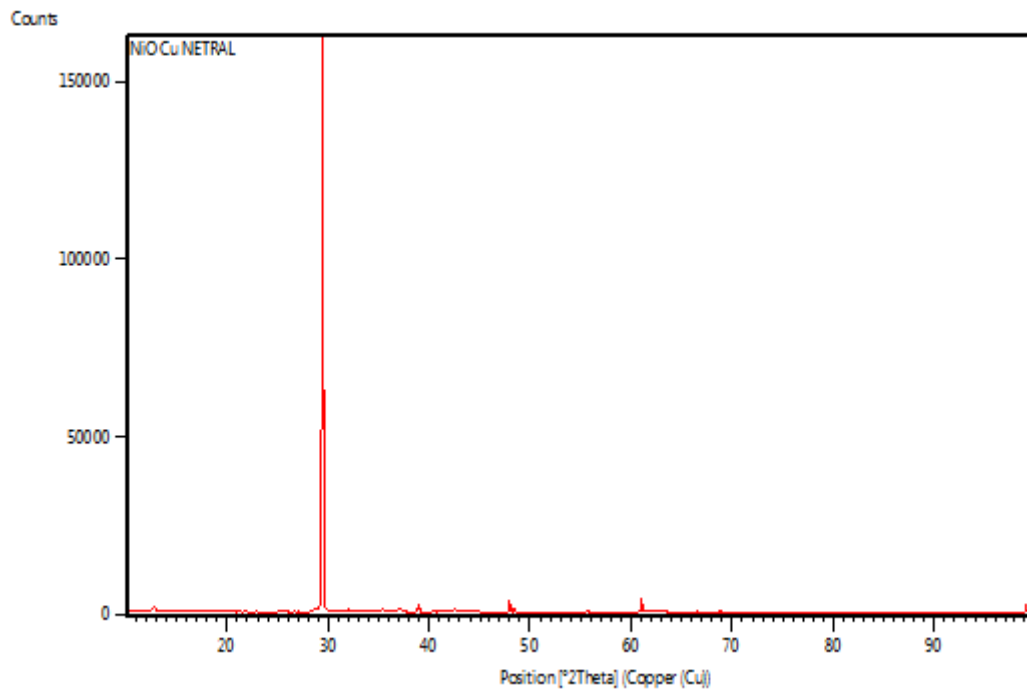
4.4.1 Difraksi sinar-X (XRD)

Analisis XRD bertujuan untuk menentukan struktur dan ukuran Kristal bubuk NiO doped logam Cu, Fe, Zn dan Cd. Analisis XRD dilakukan pada bubuk NiO doped logam Cu, Fe, Zn dan Cd yang dikalsinasi pada temperature ± 550 °C. Analisis XRD ini menggunakan monokromator grafit dengan radiasi $\text{CuK}\alpha$ (λ Cu = 0,15405 nm).



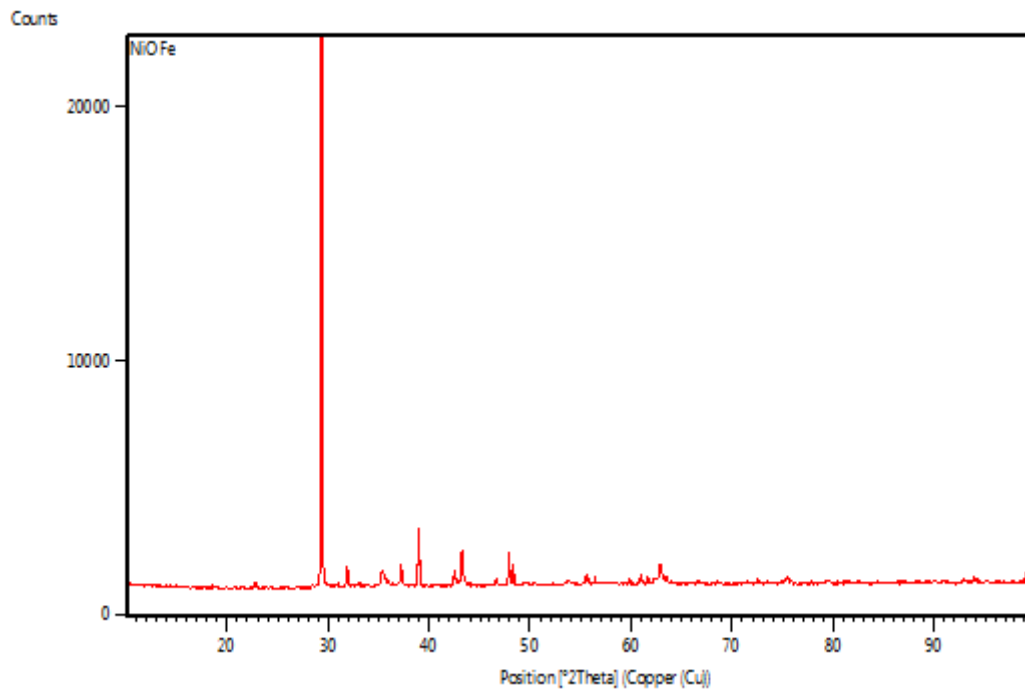
Gambar 16. Pola XRD bubuk NiO doped logam Cu (menggunakan precursor Cu asetat)

Pola XRD powder nikel oksida doped logam Cu menggunakan prekursor Cu asetat dapat dilihat pada Gambar 16. Pola XRD yang ditunjukkan dari sampel ini mempunyai intensitas tertinggi dengan puncak yang khas pada sudut $2\theta = 33,78$. Puncak-puncak lainnya juga terdeteksi pada sudut $2\theta = 35,5; 39,8; 43,2; 44,3; 44,5; 62,7; 76,2$ dengan puncak yang tajam. Dari pola XRD ini ditetapkan bahwa komposit nikel oksida yang terbentuk adalah Nikel copper oksida dengan rumus $Ni_{85}Cu_{15}O$ dengan struktur kubik sesuai dengan Pdf No. 01-078-0646 yang bercampur dengan natrium hidrogen karbonat dengan rumus $Na_3H(CO_3)_2 \cdot 2H_2O$ dan tembaga oksida (CuO). Hal ini ditandai dengan terbentuknya puncak natrium hidrogen karbonat hidrat ($Na_3H(CO_3)_2 \cdot 2H_2O$ sesuai dengan data Pdf No. 00-011-0643 dan CuO sesuai dengan Pdf No. 01-080-0076. ($Na_3H(CO_3)_2 \cdot 2H_2O$ terbentuk karena setelah larutan $Ni(OH)_2$ distirer tidak disaring endapannya dan dicuci dengan aquades, melainkan langsung dengan menguapkan pelarutnya dengan menggunakan oven.



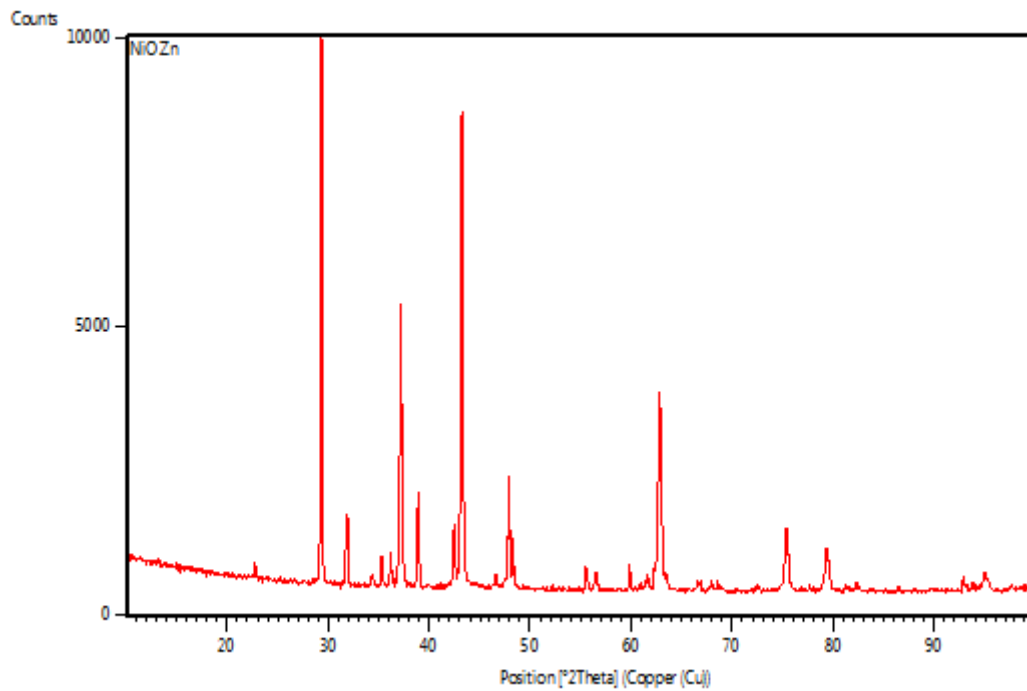
Gambar 17. Pola XRD NaNO_3

Pola XRD yang ditunjukkan pada Gambar 17 adalah pola XRD dari senyawa natrium nitrat (NaNO_3) sesuai dengan data Pdf No. 01-070-1518. Pola XRD yang ditunjukkan dari sampel ini mempunyai intensitas tertinggi dengan puncak yang khas pada sudut $2\theta = 29,4$. Dari pola XRD ini ditetapkan bahwa komposit nikel oksida tidak terbentuk menggunakan Cu nitrat. Hal ini disebabkan karena komposisi Cu nitrat yang digunakan sangat kecil dan juga tidak bereaksi dengan sempurna dengan nikel nitrat.



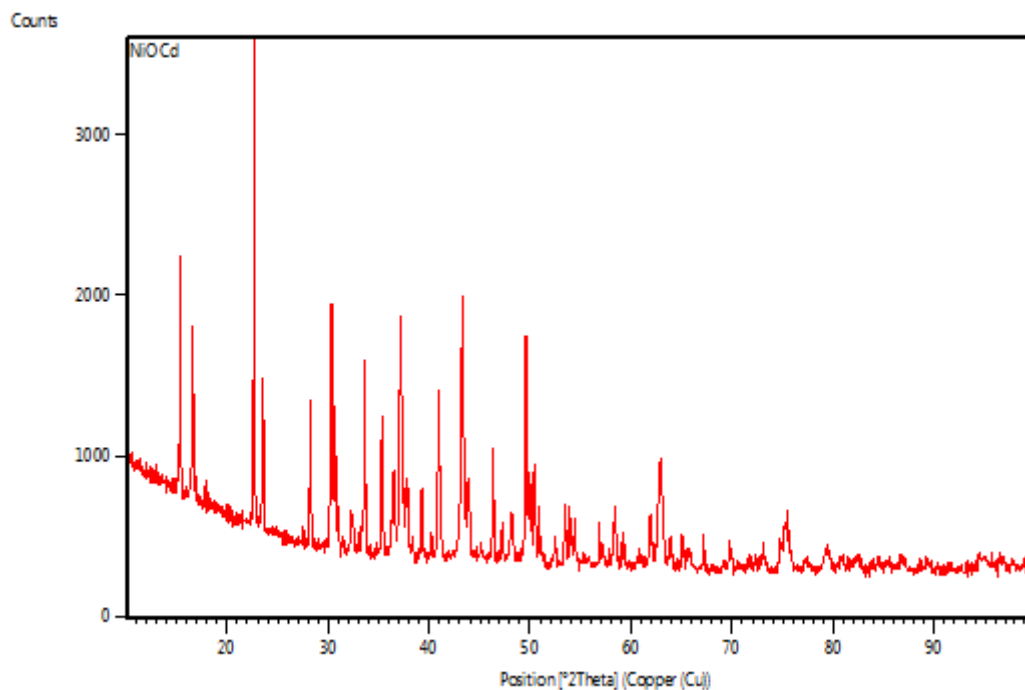
Gambar 18. Pola XRD NaNO₃

Pola XRD yang ditunjukkan pada Gambar 18 adalah pola XRD dari senyawa NiO dan natrium nitrat (NaNO₃). Pola XRD yang ditunjukkan dari sampel ini mempunyai intensitas tertinggi dengan puncak yang khas pada sudut $2\theta = 29,3$. Dari pola XRD ini ditetapkan bahwa kristal yang terbentuk adalah NiO sesuai dengan data Pdf No. 01-073-1523 dan Natrium nitrat sesuai dengan Pdf No. 01-079-2056. Komposit nikel oksida dengan Fe tidak terbentuk menggunakan Fe (NO₃)₂·9H₂O. Hal ini disebabkan karena komposisi Fe nitrat yang digunakan sangat kecil dan juga tidak bereaksi dengan sempurna dengan nikel nitrat.



Gambar 19. Pola XRD bubuk NiO doped logam Zn

Pola XRD powder nikel oksida doped logam Zn menggunakan prekursor zink nitrat tetrahidrat dapat dilihat pada Gambar 19. Pola XRD yang ditunjukkan dari sampel ini mempunyai intensitas tertinggi dengan puncak yang khas pada sudut $2\theta = 29,3$. Puncak-puncak lainnya juga terdeteksi pada sudut $2\theta = 37,2$ dan $43,2$ dengan puncak yang tajam. Dari pola XRD ini ditetapkan bahwa komposit nikel oksida yang terbentuk adalah NiO bercampur dengan ZnO dan Natrium nitrat. NiO yang terbentuk sesuai dengan Pdf No. 01-073-1523 dan ZnO yang terbentuk sesuai dengan Pdf No. 01-079-0207 dan natrium nitrat Pdf No. 01-079-2056. Impuritas ini terbentuk karena reaksi tidak homogen dan suhu lama kalsinasi belum sempurna dan produk yang dihasilkan tidak dicuci dengan etanol dan aquades.

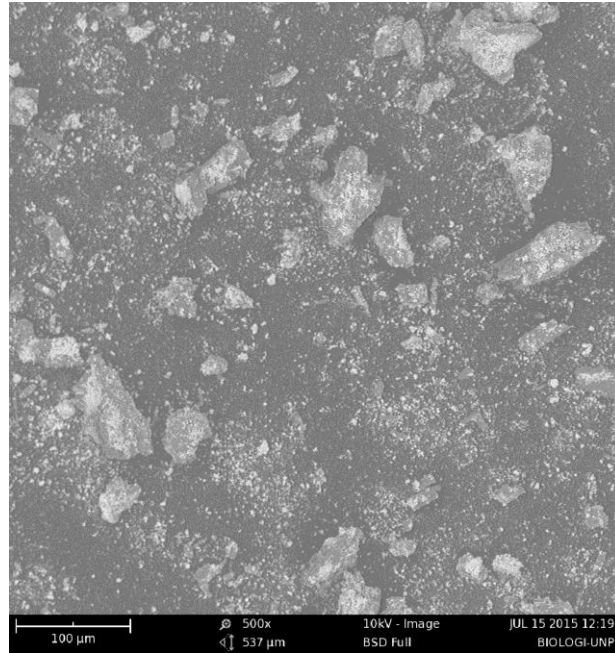


Gambar 20. Pola XRD bubuk NiO doped logam Cd

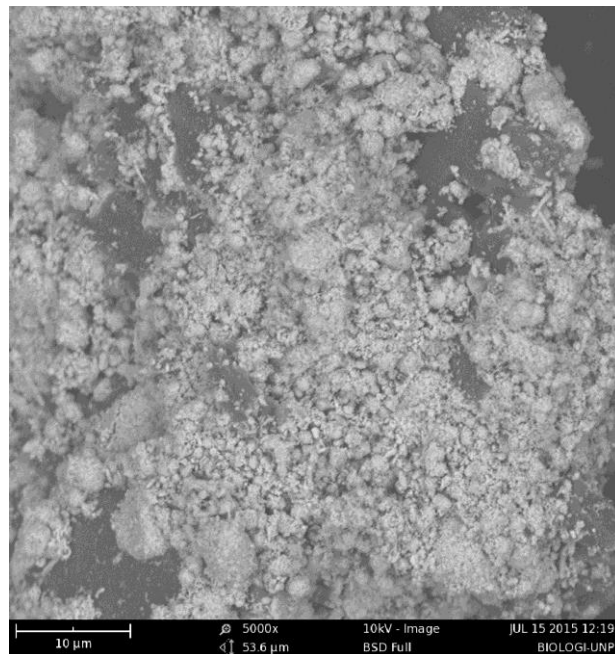
Pola XRD powder nikel oksida doped logam Cd (kadmium) menggunakan prekursor kadmium asetat dapat dilihat pada Gambar 20. Pola XRD yang ditunjukkan dari sampel ini mempunyai intensitas tertinggi dengan puncak yang khas pada sudut $2\theta = 22,7$. Puncak-puncak lainnya juga terdeteksi pada sudut $2\theta = 43,3$ dan $62,8$ dengan puncak yang tajam. Dari pola XRD ini ditetapkan bahwa komposit nikel oksida yang terbentuk adalah NiO bercampur dengan kadmium karbonat ($\text{Cd}(\text{CO}_3)$). NiO yang terbentuk sesuai dengan Pdf No. 01-089-5881 dan ($\text{Cd}(\text{CO}_3)$) yang terbentuk sesuai dengan Pdf No. 01-075-8817. Impuritas ini terbentuk karena reaksi tidak homogen dan suhu lama kalsinasi belum sempurna dan produk yang dihasilkan tidak dicuci dengan etanol dan aquades.

4.4.2 Scanning Electron Microscopy (SEM)

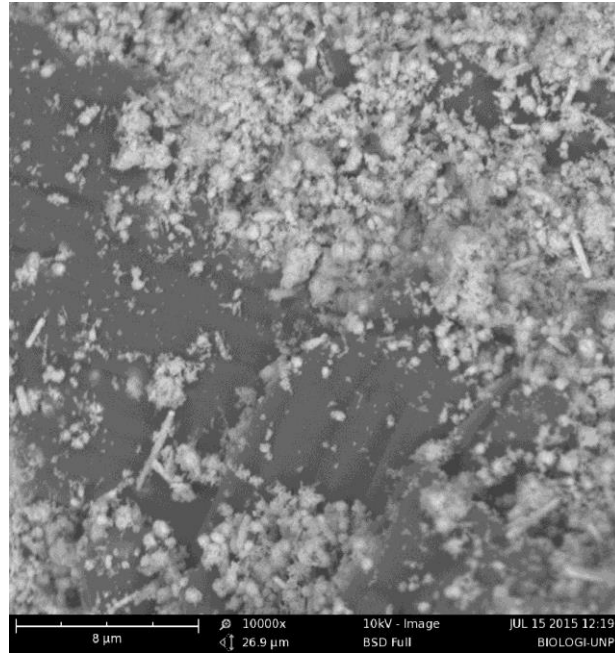
Analisis mikrostruktur pada sampel NiO doped logam Cu dan Zn dilakukan dengan menggunakan peralatan SEM yang bertujuan untuk mengetahui morfologi permukaan dan kecacatan permukaan sampel. Gambar 21, 22 dan 23 merupakan analisa sampel NiO doped logam Cu dengan berbagai perbesaran. Gambar 24, 25 dan 26 adalah analisis sampel NiO doped logam Zn dengan berbagai perbesaran 500x, 5.000x dan 10.000x).



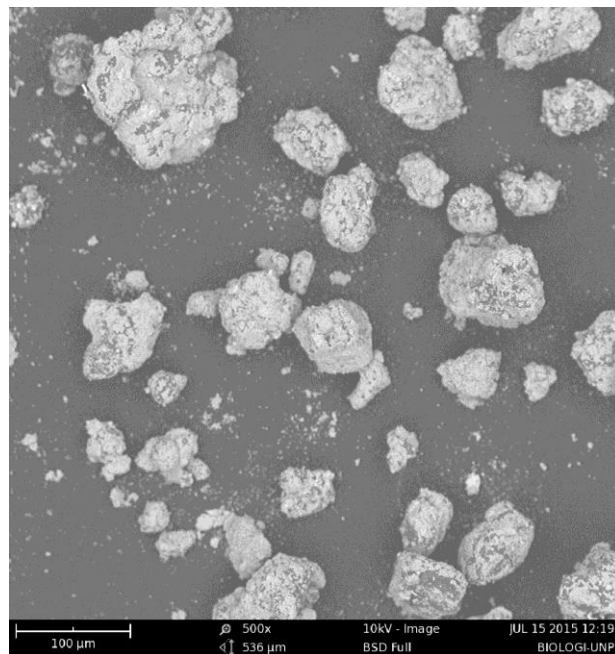
Gambar 21. Foto SEM bubuk NiO doped logam Cu dengan perbesaran 500 x



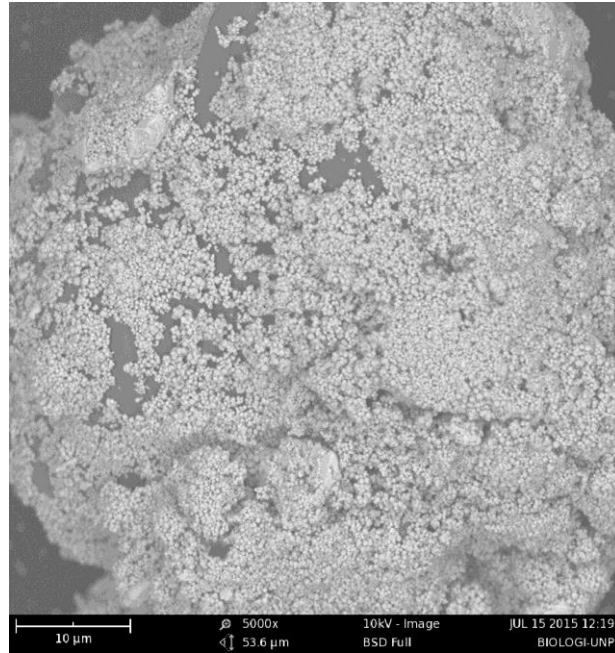
Gambar 22. Foto SEM bubuk NiO doped logam Cu dengan perbesaran 5.000 x



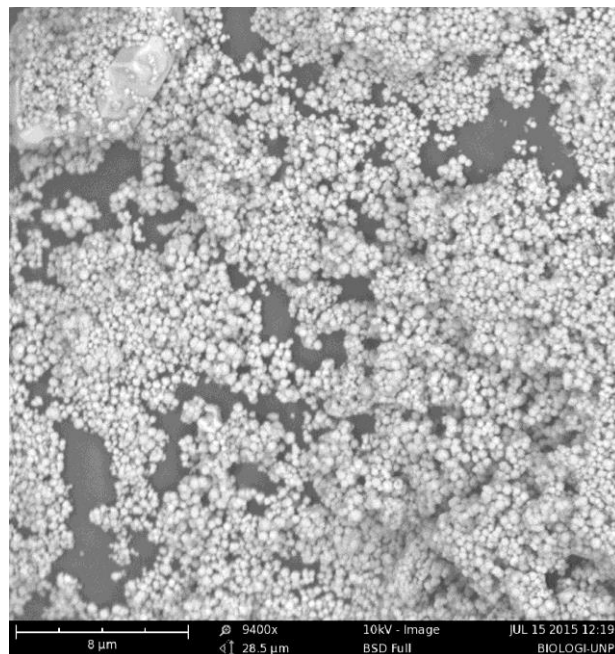
Gambar 23. Foto SEM bubuk NiO doped logam Cu dengan perbesaran 10.000 x



Gambar 24. Foto SEM bubuk NiO doped logam Zn dengan perbesaran 500 x



Gambar 25. Foto SEM bubuk NiO doped logam Zn dengan perbesaran 5000 x



Gambar 26. Foto SEM bubuk NiO doped logam Zn dengan perbesaran 9400 x

Sampel NiO doped logam Cu dan Zn dianalisis dengan SEM dengan menggunakan perbesaran 500, 5.000 dan 10.000x. Dari hasil SEM untuk powder NiO dengan doping dengan logam Cu adalah berbentuk bulk (bongkahan) dan dengan logam Zn memiliki morfologi yakni berupa spheric.

BAB V

Simpulan dan Saran

5.1 Simpulan

Dari hasil penelitian ini dapat disimpulkan beberapa hal sebagai berikut:

1. Nanopartikel NiO doped logam Cu menggunakan Cu asetat dapat membentuk $\text{Ni}_{85}\text{Cu}_{15}\text{O}$.
2. Nanopartikel NiO doped logam Cu (Cu nitrat trihidrat), doped Fe, doped Cd tidak berhasil membentuk nanokomposit.
3. Nanopartikel NiO doped dengan logam Zn menghasilkan campuran NiO dan ZnO
4. Morfologi powder NiO doped logam Cu adalah berbentuk bongkahan (bulk)].
5. Morfologi powder NiO doped logam Zn adalah berbentuk spheric.

5.2 Saran

Disarankan bagi peneliti selanjutnya:

1. Mempelajari pengaruh komposisi logam doping
2. 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 HfO₂ and Hf_xZr_{1-x}O₂ 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 BaTiO₃, BaZrO₃, and LiNbO₃ 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.