

**PEMBUATAN NANOMATERIAL KRIPTOMELAN DENGAN  
PROSES MICROWAVE DAN OVEN**

*Skripsi Sarjana Kimia*

**OLEH**

**LIA ANGGRESANI**  
**03132059**



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

**PADANG**

**2007**

## ABSTRAK

### PEMBUATAN NANOMATERIAL KRIPTOMELAN DENGAN PROSES MIKROWAVE DAN OVEN

Oleh

Lia Anggresani

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

Penelitian tentang pembuatan nanomaterial kriptomelan melalui proses microwave dan oven telah dilakukan. Proses reaksinya menggunakan kalium permanganat sebagai prekursor,  $H_2O_2$  sebagai reduktor, serta memvariasikan pengontrolan keasaman melalui HCl dan Buffer Sitrat-Fosfat. Untuk mendapatkan powder, larutan dipanaskan dengan microwave selama 10 menit atau oven 6 jam pada suhu 140-160°C. Hasil yang diperoleh berupa powder berwarna coklat kehitaman. Setelah itu dilakukan pencucian untuk menghilangkan dari pengotor-pengotor dan dilanjutkan pengeringan dengan oven pada suhu 95-105°C. Hasilnya dikarakterisasi dengan menggunakan difraksi sinar-X dan *Scanning Electron Microscopy*. Pola-pola difraksi sinar-X dari penggunaan microwave dan oven diperoleh oksida mangan berstruktur kriptomelan dengan rumus  $K_{0,5}Mn_2O_4 \cdot 1,5 H_2O$ . Gambaran dari SEM memperlihatkan morfologi permukaan berupa *spherical* (penggunaan HCl microwave dan oven) dan bongkahan (penggunaan Buffer Sitrat-Fosfat microwave dan oven).

## I. PENDAHULUAN

### 1.1. Latar Belakang

Struktur nanoscale satu dimensi (*nanorods*, *nanotubes*, dan *nanofibers*) telah menarik perhatian belakangan ini, karena sifat elektroniknya yang unik, optikal, mekanik, dan sifat-sifat magnetik serta aplikasi yang berpotensi pada segala bidang. *Octahedral Molecular Sieve* (OMS) merupakan salah satu material nanoscale yang memiliki ukuran partikel yang kecil dan luas permukaan yang tinggi<sup>(1)</sup>.

OMS mempunyai struktur tunnel (berongga) 1 dimensi. Struktur tunnel ini terbentuk dari bagian pinggir dan bagian sudut dari oktahedral  $MnO_6$ <sup>(2)</sup>. OMS memiliki bermacam-macam ukuran nanoscale dari  $2,3 \text{ \AA} \times 2,3 \text{ \AA}$  sampai  $4,6 \text{ \AA} \times 11,5 \text{ \AA}$ . Beberapa material mangan oksida nanoscale dari  $3 \times 3$  (OMS-1),  $2 \times 2$  (OMS-2),  $2 \times 3$  (OMS-6),  $2 \times 4$  (OMS-5), dan  $1 \times 1$  (OMS-7) telah diteliti dan dilaporkan<sup>(3)</sup>. Material oksida mangan OMS banyak diaplikasikan sebagai katalis dan material baterai<sup>(2)</sup>.

Kriptomelan jenis material oksida mangan (OMS-2) adalah kelompok material OMS yang penting karena material OMS-2 telah banyak digunakan sebagai katalis, pemisahan, sensor kimia, dan baterai. Pembuatan, penelitian dan aplikasi dari material bulk OMS-2 telah dikembangkan dan diteliti selama 2 dekade belakangan ini. Metode reflux adalah cara yang paling sering digunakan untuk membuat material bulk OMS-2 ini<sup>(2)</sup>.

Proses pembuatan nanomaterial kriptomelan yang dikembangkan dalam penelitian ini adalah metode microwave dan oven. Proses microwave merupakan metode sintesis yang baru dan berkembang dengan cepat dalam berbagai penelitian. Dalam sistem ini, interaksi microwave dengan material didasarkan pada konsep pemanasan dielektrik dan absorpsi resonansi yang berkaitan dengan eksitasi rotasi. Teknik ini dikerjakan secara luas untuk variasi reaksi meliputi sintesis organik. Dibandingkan dengan metode konvensional, metode ini lebih cepat, bersih, dan ekonomis<sup>(4)</sup>.

Proses oven yang dilakukan disini hampir sama dengan metode hidrotermal yaitu suatu metode pembuatan material dengan mereaksikan larutan di dalam bejana tertutup diatas titik didihnya dengan pemanasan dalam kondisi hidrotermal. Temperatur yang digunakan dalam sintesis hidrotermal adalah temperatur sedang yang berkisar antara 100-300°C<sup>(5)</sup>.

### 1.2. Perumusan Masalah

Perumusan masalah dari penelitian ini adalah :

1. Penggunaan proses microwave sederhana dan oven dapat digunakan sebagai pengganti reflux untuk menghasilkan produk oksida mangan dengan struktur berupa kriptomelan, serta membandingkan produknya.
2. Penggunaan variasi pengontrolan keasaman yaitu HCl dan Buffer sitrat-fosfat memberikan pengaruh yang berbeda terhadap produk yang dihasilkan.

### 1.3. Tujuan

Tujuan dari penelitian ini adalah :

1. Mempelajari pembuatan nanomaterial kriptomelan dengan bantuan H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> dengan menggunakan proses microwave sederhana dan oven.
2. Memvariasikan dua pengontrol keasaman yaitu HCl dan buffer sitrat-fosfat.
3. Mempelajari hasil karakterisasi dari kriptomelan yang didapatkan

## V. KESIMPULAN DAN SARAN

### 5.1. Kesimpulan

Dari hasil yang diperoleh, dapat disimpulkan bahwa produk yang dihasilkan dari proses microwave sederhana dan oven adalah kriptomelan dengan rumus struktur  $K_{0.5}Mn_2O_4 \cdot 1.5 H_2O$ . Powder yang dihasilkan dari penggunaan dengan microwave sederhana lebih halus dibandingkan dengan oven sedangkan jika dilihat dari variasi pengontrolan keasaman melalui HCl dan buffer sitrat-fosfat tidak memberikan perbedaan yang nyata terhadap powder yang dihasilkan. Hasil SEM pada penggunaan variasi pengontrolan keasaman dengan HCl baik menggunakan microwave dan oven menghasilkan bentuk morfologi berupa bulatan-bulatan atau *spherical* sedangkan dengan buffer sitrat-fosfat menggunakan microwave dan oven bentuknya berupa bongkahan-bongkahan. Distribusi partikel yang dihasilkan dengan menggunakan HCl lebih merata dibandingkan dengan buffer sitrat-fosfat.

### 5.2. Saran

Setelah melakukan penelitian ini, maka disarankan kepada peneliti selanjutnya :

1. Mempelajari proses sintesis yang lain untuk membuat nanomaterial kriptomelan dengan efisien.
2. Mempelajari aktifitas katalitik dari produk kriptomelan yang dihasilkan.

## DAFTAR PUSTAKA

1. Villegas, Josanel C, Garces, Luis J, Gomez, Sinue, Durand, Jason P, and Suib, Steven L. Partikel Size Control of Criptomelane Nanomaterials by Use of  $H_2O_2$  in Acidic Condition, *J. Mater. Chem.*, 2005, **17**, pp.1910-1918
2. Liu, Jia, Son, Young-Chan, Cai, Jun, Shen, Xiongfei, Suib, Steven L, and Aindow, Mark. Size Control, Metal Substitution, and Catalytic Application of Crytomelane Nanomaterials Prepared Using Cross-Linking Reagents, *J. Mater. Chem.*, 2004, **16**, pp.276-285
3. Ghosh, Ruma, Shen, Xiongfei, Villegas, Josanel C, Ding, Yunshuang, Malinger, Kinga and Suib, Steven L. Role of Manganese Oxide Octahedral Molecular Sieves in Styrene Epoxidation, *J. Phys. Chem.*, 2006, **110**, pp.7592-7599
4. Apte, S. K, Naik, S. D, Sonawane, R. S, Kale, B. B, Pavaskar, Neela, Mandale, A. B, Das, B. K. Nanosize  $Mn_2O_3$  (Hausmanite) by Microwave Irradiation Method, *Materials Research Bulletin*, 2006, **41**, pp.647-654
5. Bunshah, Rointan F, Handbook of Deposition Technologist for Films and Coating, USA, Noyes Publications, 1994, p 24-25, 249.
6. Ding, Yun-Shuang, Shen, Xiong-Fei, Sithambaram, Shanthakumar, Gomez, Sinue, Kumar, Ranjit, Crisostomo, Vincent Mark B, Suib, Steven L, and Aindow, Mark. Synthesis and Catalitic Activity of Cryptomelane Type Manganese Dioxide Nanomaterial Produced by a Novel Solvent-Free Method, *J. Chem.*, 2005, **17**, pp.5382-5389
7. <http://www.minerals.gps.caltech.edu/.../Mn-oxides3.htm> diambil pada tanggal 1 Maret 2007 pada pukul 15.35.
8. Elves Barbara, Hawkins Shephan, Russey Willian. *Ullman's Encyclopedia of Industrial Chemistry*, Analitical Method II B6, German, VCH., 1994
9. Merck Research Laboratories, *The Merck Index 13<sup>th</sup> ed*, White House Station, NJ, 2001, p.858-857.
10. Daintith, John, *Kamus Lengkap Kimia*, Erlangga, Jakarta.
11. Cambell, F. T, Efferkorn, R. P, Rounsaville, J. F. *Ullman's Encyclopedia of Industrial Chemistry*, Vol A7, Germany, VCH.,1986