



## **SKRIPSI**

# **SINTESIS DAN KARAKTERISASI ZEOLIT BERKERANGKA IMIDAZOLAT-8 (ZIF-8) DALAM BEBERAPA PELARUT**

**MOH FALIH REZKI RIZALDY**  
NRP. 01211440000101

Dosen Pembimbing  
Ir. Endang Purwanti Setyaningsih, MT

DEPARTEMEN KIMIA  
FAKULTAS SAINS  
INSTITUT TEKNOLOGI SEPULUH NOPEMBER  
SURABAYA  
2019



---

**SCRIPT**

**SYNTHESIS AND CHARACTERIZATION OF  
ZEOLITIC IMIDAZOLATE FRAMEWORKS-8 (ZIF-8)  
IN DIFFERENT SOLVENTS**

**MOH FALIH REZKI RIZALDY**  
NRP. 01211440000101

Advisor Lecturer  
Ir. Endang Purwanti Setyaningsih, MT

**CHEMISTRY DEPARTMENT  
FACULTY SCIENCE  
INSTITUT TEKNOLOGI SEPULUH NOPEMBER  
SURABAYA  
2019**

**SINTESIS DAN KARAKTERISASI ZEOLIT  
BERKERANGKA IMIDAZOLAT-8 (ZIF-8)  
DALAM BEBERAPA PELARUT**

**SKRIPSI**

Disusun sebagai syarat untuk memperoleh  
Gelar Sarjana Program Studi S-1

Departemen Kimia  
Fakultas Sains  
Institut Teknologi Sepuluh Nopember  
Surabaya

Disusun Oleh :

**MOH FALIH REZKI RIZALDY**  
**NRP. 01211440000101**

**DEPARTEMEN KIMIA  
FAKULTAS SAINS  
INSTITUT TEKNOLOGI SEPULUH NOPEMBER  
SURABAYA  
2019**

**LEMBAR PENGESAHAN**  
**SINTESIS DAN KARAKTERISASI ZEOLIT**  
**BERKERANGKA IMIDAZOLAT-8 (ZIF-8)**  
**DALAM BEBERAPA PELARUT**

**SKRIPSI**

Oleh:

**MOH FALIH REZKI RIZALDY**

**NRP. 01211440000101**

Surabaya, 21 Mei 2019

Menyetujui,

Dosen Pembimbing



**Ir. Endang Purwanti S., M.T**

NIP. 1960110 198503 2 001

Mengetahui :

Kepala Departemen Kimia,



**Prof. Dr. Didik Prasetyoko, S.Si., M.Sc**

NIP. 19710616 199703 1 002

# SINTESIS DAN KARAKTERISASI ZEOLIT BERKERANGKA IMIDAZOLAT-8 (ZIF-8) DALAM BEBERAPA PELARUT

Nama Mahasiswa : Moh Falih Rezki Rizaldy  
NRP : 01211440000101  
Departemen : Kimia ITS  
Pembimbing : Ir. Endang Purwanti S., M.T

## Abstrak

Material ZIF-8 (*Zeolitic Imidazolate Frameworks-8*) berhasil disintesis dalam beberapa variasi pelarut. Pelarut yang digunakan dalam sintesis, yaitu DMF, metanol dan aquades. Hasil yang diperoleh dikarakterisasi dengan instrument XRD, FTIR dan SEM-EDX. Hasil XRD menunjukkan bahwa ZIF-8 telah terbentuk yang mempunyai puncak yang sama dengan penelitian Nguyen dkk., (2012) yaitu pada  $2\theta = 7,2^\circ; 10,3^\circ; 12,6^\circ; 16,5^\circ; 18,0^\circ$ . Spektra FTIR ZIF-8 dalam beberapa pelarut terbentuk gugus fungsi pada bilangan gelombang  $420\text{ cm}^{-1}$ , hal tersebut menunjukkan adanya ikatan  $\text{Zn}^{2+}$  dengan ligan *2-methylimidazole*. Hasil mikroskop SEM menunjukkan morfologi ZIF-8 dari variasi pelarut menghasilkan bentuk geometri kubus. Pada hasil karakterisasi EDX menunjukkan adanya unsur seng (Zn), nitrogen (N), karbon (C) dan oksigen (O) dalam variasi pelarut yang memiliki jumlah unsur senyawa O tertinggi adalah 9,86% yaitu ZIF-8 dalam pelarut DMF.

**Kata kunci:** Aquades, DMF, metanol, metode hidrotermal dan solvotermal, ZIF-8.

# SYNTHESIS AND CHARACTERIZATION OF ZEOLITIC IMIDAZOLATE FRAMEWORKS-8 (ZIF-8) IN DIFFERENT SOLVENTS

**Name** : Moh Falih Rezki Rizaldy  
**NRP** : 01211440000101  
**Department** : Chemical ITS  
**Advisor Lecturer** : Ir. Endang Purwanti S., M.T

## Abstract

The ZIF-8 (Zeolitic Imidazolate Frameworks-8) material was successfully synthesized in a variety of solvents. The solvents used in the synthesis, namely DMF, methanol and distilled water. The results obtained were characterized by XRD, FTIR and SEM-EDX instruments. The XRD results show that ZIF-8 has been formed which has the same peak as Nguyen dkk., (2012), namely at  $2\theta = 7.2^\circ; 10.3^\circ; 12,6^\circ; 16.5^\circ; 18.0^\circ$ . FTIR ZIF-8 spectra in several solvents a functional group is formed at wave number  $420\text{ cm}^{-1}$ , this shows the presence of  $\text{Zn}^{2+}$  bonds with 2-methylimidazole ligands. The results of SEM micrographs showed the morphology of ZIF-8 from a variety of solvents resulting in the geometry of the cube. In the EDX characterization results showed the presence of zinc (Zn), nitrogen (N), carbon (C) and oxygen (O) in the variation of the solvent which had the highest number of compound O elements was 9.86% namely ZIF-8 in DMF solvents.

**Keywords:** Aquades, DMF, methanol, hydrothermal and solvothermal method and hydrothermal method, ZIF-8.

## KATA PENGANTAR

Puji syukur kehadirat Allah SWT yang selalu melimpahkan rahmat dan karunia-Nya, sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi ini yang berjudul “**Sintesis dan Karakterisasi Kerangka Kerja Zeolit Imidazolat-8 (ZIF-8) Dalam Beberapa Pelarut**” dapat diselesaikan dengan baik.

Dalam kesempatan ini penulis bermaksud mengucapkan terima kasih berbagai pihak yang mendukung terselesainya tulisan ini, yaitu:

1. Ibu Ir. Endang Purwanti Setyaningsih., MT selaku dosen pembimbing yang telah memberikan pengarahan dan bimbingan selama proses penyusunan naskah skripsi ini.
2. Ibu Dra. Ratna Ediati., M.S., Ph.D yang telah memberikan bantuan dan pengerahan.
3. Bapak Prof. Dr. Didik Prasetyoko, M.Sc, selaku Ketua Departemen Kimia atas fasilitas yang telah diberikan sehingga naskah skripsi ini dapat terselesaikan.
4. Ibu Zjahra Vianita Nugraheni., S.Si., M.Si selaku dosen wali penulis yang telah memberi masukan selama ini dalam pengambilan mata kuliah.
5. Bapak Dr. Djoko Hartanto, M.Si, selaku kepala laboratorium Kimia Material dan Energi yang telah memberikan fasilitas selama pengerjaan skripsi ini.
6. Dosen beserta karyawan Departemen Kimia Fakultas Sains ITS yang telah membantu.
7. Bapak dan Ibu yang selalu memberi semangat, doa dan motivasi yang tulus tiada henti.
8. Semua pihak yang membantu dalam penyelesaian naskah tugas akhir ini yang tidak bisa disebutkan satu persatu.

Penulis menyadari bahwa penulisan skripsi ini masih belum sempurna, oleh karena itu penulis mengharapkan kritik dan saran. Semoga skripsi ini dapat memberikan manfaat bagi penulis dan pembaca.

Surabaya, 21 Mei 2019  
Penulis



*Karya ini kupersembahkan untuk Kedua Orang Tua  
Dosen pembimbing dan penguji  
Keluarga kecilku GALAXY  
Dosen dan karyawan departemen kimia  
serta seluruh teman-teman kimia yang selalu  
memotivasi*

## DAFTAR ISI

LEMBAR PENGESAHAN.....	iv
ABSTRAK .....	v
ABSTRACT .....	vi
KATA PENGANTAR.....	vii
DAFTAR ISI.....	x
DAFTAR GAMBAR .....	xiii
DAFTAR TABEL .....	xvi
DAFTAR LAMPIRAN .....	xvii
BAB I PENDAHULUAN .....	1
1.1 Latar Belakang .....	1
1.2 Rumusan Masalah .....	3
1.3 Tujuan.....	3
1.4 Manfaat.....	3
BAB II TINJAUAN PUSTAKA .....	5
2.1 <i>Metal Organic Frameworks (MOF)</i> .....	5
2.2 <i>Zeolitic Imidazolate Frameworks (ZIF)</i> .....	6
2.3 <i>Zeolitic Imidazolate Frameworks-8 (ZIF-8)</i> .....	7
2.4 Metode Sintesis ZIF-8 .....	8
2.4.1 Metode Sintesis ZIF-8 dalam pelarut DMF.....	10
2.4.2 Metode Sintesis ZIF-8 dalam pelarut Metanol .....	11
2.4.3 Metode Sintesis ZIF-8 dalam pelarut Air .....	12
2.5 Kristalinitas Relatif ZIF-8 dalam Beberapa Pelarut.....	13
2.6 Instrumentasi dalam Karakterisasi ZIF-8 .....	13

2.6.1	Difraksi Sinar-X (XRD).....	13
2.6.2	<i>Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FTIR)</i> .....	17
2.6.3	<i>Scanning Electron Microscope (SEM)</i> .....	19
2.6.4	<i>Energy Dispersive X-Ray (EDX)</i> .....	21
2.7	Hasil dari beberapa Peneliti sebelumnya.....	21
2.7.1	ZIF-8 DMF.....	21
2.7.2	ZIF-8 Metanol.....	23
2.7.3	ZIF-8 Aquades.....	24
BAB III METODOLOGI PENELITIAN.....		27
3.1	Alat dan Bahan .....	27
3.1.1	Alat.....	27
3.1.2	Bahan .....	27
3.2	Prosedur .....	27
3.2.1	Sintesis ZIF-8 dalam pelarut <i>N,N</i> -dimetilformamida.....	27
3.2.2	Sintesis ZIF-8 dalam pelarut Metanol .....	28
3.2.3	Sintesis ZIF-8 dalam pelarut Aquades.....	28
3.3	Karakterisasi Hasil Sintesis ZIF-8.....	29
3.3.1	<i>X-Ray Diffraction (XRD)</i> .....	29
3.3.2	<i>Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FTIR)</i> .....	29
3.3.3	<i>Scanning Electron Microscope-Energy Dispersive X-Ray (SEM-EDX)</i> .....	30
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN.....		31
4.1	Sintesis ZIF-8 dalam pelarut <i>N,N</i> -dimetilformamida .....	31
4.2	Sintesis ZIF-8 dalam pelarut Metanol .....	35
4.3	Sintesis ZIF-8 dalam pelarut Aquades .....	37
4.4	Karakterisasi material hasil sintesis.....	41

4.4.1 Karakterisasi dengan Difraksi Sinar-X (XRD).....	41
4.4.2 Karakterisasi dengan Spektroskopi Inframerah.....	44
4.4.3 Karakterisasi dengan <i>Scanning Electron Microscope- Energy Dispersive X-Ray (SEM-EDX)</i> .....	46
4.5 Hubungan Pelarut DMF, Metanol dan Aquades .....	50
<b>BAB V KESIMPULAN DAN SARAN .....</b>	<b>51</b>
5.1 Kesimpulan.....	<b>51</b>
5.2 Saran.....	<b>51</b>
DAFTAR PUSTAKA.....	53
LAMPIRAN .....	61
BIODATA PRIBADI.....	81

## DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1	Struktur MOF (Yap dkk., 2014).....	5
Gambar 2.2.	a). Struktur Si-O-Si sebesar $145^\circ$ (Bennet dkk., 2014) .....	6
	b). Struktur M-Im-M sebesar $145^\circ$ (Bennet dkk., 2014) .....	6
Gambar 2.3	a). Struktur SOD ZIF-8 (Park, 2006).....	8
	b). Struktur kristal ZIF-8 Zn (polyhedral), N (bulat), dan C (garis) (Park, 2006) .....	8
Gambar 2.4	Difraktogram XRD ZIF-8 standar dalam pelarut DMF (Zhang dkk., 2011).....	10
Gambar 2.5	Difraktogram XRD ZIF-8 standar dalam pelarut metanol (Venna dkk., 2010).....	11
Gambar 2.6	Difraktogram XRD ZIF-8 standar dalam pelarut air (Kida dkk., 2013) .....	12
Gambar 2.7	Komponen-komponen <i>X-Ray Diffraction</i> (XRD) (Rahman., 2008).....	15
Gambar 2.8	Difraksi Sinar-X (Crews dkk., 2018).....	16
Gambar 2.9	Difraktogram hasil karakterisasi ZIF-8 nanokristal (Nie dkk., 2017) .....	17
Gambar 2.10	Skema alat spektroskopi FTIR. (1) Sumber Inframerah (2) Pembagi Berkas ( <i>Beam Splitter</i> ) (3) Kaca Pemantul (4) Sensor Inframerah (5) Sampel (6) Display (Anam dkk., 2007).....	18
Gambar 2.11	Spektra IR ZIF-8 (1) dan <i>2-methylimidazole</i> (2) (Nguyen dkk., 2012). ).....	18
Gambar 2.12	Komponen alat SEM (Yoshida dkk., 2011) .....	20

Gambar 2.13	Morfologi dari permukaan sampel ZIF-8 (Nguyen dkk., 2012) .....	20
Gambar 2.14	Difraktogram XRD ZIF-8 hasil sintesis (1:2) dan ZIF-8 hasil referensi ( $= 7,31^\circ$ ; $= 10,33^\circ$ ; $= 12,56^\circ$ ; $= 16,43$ ; $= 17,99^\circ$ ) (Firmany., 2017). .....	22
Gambar 2.15	Pola difraksi sinar-X sampel hasil sintesis ZIF-8 dan penelitian yang dilakukan oleh (Pratiwi., 2015).....	23
Gambar 2.16	Perbandingan difraktogram material hasil sintesis dengan ZIF-8 simulasi (a) ZIF-8 simulasi (Bao dkk., 2013); (b) ZIF-8; (c) Ni-ZIF-8 5%; (d) Ni-ZIF-8 10%; (e) Ni-ZIF-8 20% dan (f) Ni-ZIF-8 30% (Hikmawansyah., 2015).. .....	24
Gambar 4.1	Reaksi pembentukan ZIF-8 (Bux dkk., 2009). .....	32
Gambar 4.2	a) Campuran dari $(\text{Zn}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O})$ dan <i>2-methylimidazole</i> setelah diaduk menggunakan <i>magnetic stirrer</i> selama 30 menit (putih). b) ZIF-8 dalam pelarut DMF setelah dipanaskan (kuning muda) .....	33
Gambar 4.3	Padatan ZIF-8 hasil sintesis dalam pelarut DMF... 34	
Gambar 4.4	Difraktogram ZIF-8 dalam pelarut DMF dan referensi (Nguyen dkk., 2012). .....	34
Gambar 4.5	a) Campuran dari $(\text{Zn}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O})$ dan 2-metilimidazol setelah diaduk menggunakan <i>magnetic stirrer</i> (putih bening) b) ZIF-8 dalam pelarut metanol setelah dipanaskan (putih keruh).....	35
Gambar 4.6	Padatan ZIF-8 hasil sintesis dalam pelarut metanol.....	36
Gambar 4.7	Difraktogram ZIF-8 dalam pelarut metanol dan referensi (Nguyen dkk., 2012) .....	37

Gambar 4.8	a) Campuran dari ( $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ ) dan <i>2-methylimidazole</i> setelah diaduk dengan <i>magnetic stirrer</i> (putih keruh) b) ZIF-8 setelah diukur pH dan dekantasi (putih bening) c) pH ZIF-8 Aquades= 10 sebelum dicuci dengan metanol .....	38
Gambar 4.9	a) pH ZIF-8 Aquades = 7 setelah dicuci dengan metanol. b) Padatan ZIF-8 hasil sintesis dalam pelarut aquades .....	39
Gambar 4.10	Difraktogram padatan dalam beberapa pelarut dan referensi (Nguyen dkk., 2012) .....	39
Gambar 4.11	Difraktogram padatan ZIF-8 hasil sintesis dalam beberapa pelarut dan ZIF-8 hasil referensi (Nguyen dkk., 2012) .....	42
Gambar 4.12	Spektra IR sampel ZIF-8 dari beberapa pelarut dan ZIF-8 hasil referensi Zhang dkk., (2011) .....	44
Gambar 4.13	ZIF-8 DMF (a) perbesaran 300x dan (b) perbesaran 1000x .....	47
Gambar 4.14	ZIF-8 Metanol a) perbesaran 300x dan (b) perbesaran 1000x .....	47
Gambar 4.15	ZIF-8 Aquades (a) perbesaran 300x dan (b) perbesaran 1000x .....	47

## DAFTAR TABEL

Tabel 2.1	Komposisi, struktur dan parameter untuk senyawa ZIF.....	7
Tabel 2.2	Kondisi Operasional sintesis ZIF-8.....	9
Tabel 4.1	Karakteristik ZIF-8 yang dianalisa menggunakan <i>single crystal</i> (Pratiwi., 2015) .....	32
Tabel 4.2	Massa padatan ZIF-8 hasil sintesis dalam beberapa pelarut .....	40
Tabel 4.3	Nilai $2\theta$ puncak difraktogram material ZIF-8 hasil sintesis dengan referensi Nguyen dkk., (2012). .....	43
Tabel 4.4	Kristalinitas relatif ZIF-8 hasil sintesis dalam beberapa pelarut (DMF, metanol dan aquades).....	44
Tabel 4.5	Spektra FTIR pada sampel ZIF-8 dibandingkan dengan perbandingan spektra material hasil sintesis dengan spektra referensi (Zhang dkk., 2011; Beh dkk., 2018) .....	45
Tabel 4.6	Hasil EDX ZIF-8 DMF, Metanol dan Aquades dalam beberapa pelarut .....	49



## DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran A Skema Kerja.....	61
Lampiran B Prosedur Kerja.....	63
Lampiran C Perhitungan Massa Reaktan .....	71
Lampiran D Perhitungan Kristalinitas.....	75
Lampiran E Karakterisasi ZIF-8.....	77

# BAB I

## PENDAHULUAN

### 1.1 Latar Belakang

*Metal Organic Frameworks (MOF)* merupakan material berpori yang sangat menarik untuk diteliti dalam bidang ilmiah. MOF adalah *subclass* dari material berpori tersusun atas kluster logam yang dihubungkan oleh ligan organik (Li dkk., 2017). Pembentukan kerangka MOF dapat dibangun dari *Secondary Building Unit (SBU)* dimana ion logam dan penghubung ligan organik tersusun ke kisi tiga dimensi (Lian dkk., 2014). MOF mempunyai luas permukaan yang besar, sehingga baik untuk diaplikasikan penyimpanan gas, pemisahan, katalis, maupun pembuatan obat (Kaur dkk., 2017). Berdasarkan sub jenisnya, MOF dapat dibagi menjadi beberapa macam kelompok, seperti: MOF-5, HKUST-1, UiO-66, ZIF-8, MOF-200, IRMOF-74-XI (Silva dkk., 2015).

Material MOF yang sering dilakukan dalam penelitian adalah *Zeolitic Imidazolate Frameworks (ZIF)*. ZIF adalah sebuah kerangka MOF yang dibentuk dari ion logam tetrahedral (misalnya Zn, Co) yang dihubungkan oleh *imidazolate* sebagai ligan organik (Li dkk., 2016). ZIF mempunyai topologi yang mirip dengan zeolit. Perbedaan ZIF dengan zeolit ialah pada material-material penyusunnya. ZIF dapat dibentuk dari Zn, Co dan MeIm yang dijembatani oleh *imidazolate* yang diikat oleh logam tetrahedral ( $Zn^{2+}$  dan  $Co^{2+}$ ), sedangkan zeolit dibentuk dari Si dan Al yang dihubungkan oleh oksigen. ZIF dapat dikoordinasikan oleh atom nitrogen pada ligan *imidazolate* (MeIm) dengan sudut  $145^\circ$ . Berdasarkan struktur MOF, ZIF dapat dikelompokkan menjadi beberapa macam diantaranya: ZIF-8, ZIF-9, ZIF-11, ZIF-12, ZIF-67 (Sahin dkk., 2018).

ZIF-8 adalah kerangka logam organik yang dibuat oleh ion Zn yang dihubungkan dengan ligan *2-methylimidazole (MeIm)*. ZIF-8 memiliki struktur MOF yang berbeda dengan ZIF lainnya,

seperti ZIF-1, ZIF-2, ZIF-3, ZIF-4, ZIF-5, ZIF-6, ZIF-7, yang membedakan adalah ukuran pori dan logam yang digunakan. Selain itu, ZIF-8 memiliki diameter sebesar  $3,4\text{\AA}$ , luas permukaan yang besar ( $1,630\text{ m}^2/\text{g}$ ), mempunyai topologi *sodalite* (SOD) yang berbentuk kubus dengan diameter  $1,16\text{ nm}$ , volume pori  $0,7633\text{ cm}^3/\text{g}^1$  dan ukuran pori  $1,11\text{ nm}$  (Kolmykov; dkk., 2017; Jafari dkk., 2018; Pancariya dkk., 2018).

ZIF-8 dapat disintesis menggunakan 2 metode, yaitu metode solvotermal dan hidrotermal. Perbedaan kedua metode didasarkan dari penggunaan pelarutnya. Dalam pelarut DMF dan metanol menggunakan metode solvotermal, dan dalam pelarut air menggunakan metode hidrotermal. Perbedaan penggunaan pelarut dapat mempengaruhi bentuk struktur dan kristalinitas hasil sintesis. Oleh karena itu, ZIF-8 dapat disintesis dalam pelarut organik seperti *N,N*-dimetilformamida, *N,N*-dietilformamida, aseton dan metanol menggunakan metode solvotermal (Shi dkk., 2011). Penggunaan pelarut organik dalam sintesis memiliki banyak kekurangan, seperti: harganya mahal, mudah terbakar, beracun, dan kurang ramah lingkungan. Namun, penggunaan pelarut air di nilai lebih ramah lingkungan, seperti: tidak mudah terbakar dan biaya relatif lebih murah. Akan tetapi, dalam pelarut air harus ditambahkan zat adiktif (penambahan modulator TEA) untuk mempercepat proses sintesis (Bustamante dkk., 2014).

Baru-baru ini, ZIF-8 berhasil disintesis menggunakan metode solvotermal dalam pelarut DMF dan metanol. Seperti pada penelitian yang dilaporkan oleh Bao dkk., (2013); Nguyen dkk., (2012) sintesis ZIF-8 dilakukan dengan perbandingan mol  $\text{Zn}^{2+} : \text{MeIm} = 1:2$  menggunakan pelarut *N,N*-dimetilformamida (DMF) dalam suhu  $120^\circ\text{C}$  menggunakan metode solvotermal. Namun, berdasarkan penelitian Cravilon dkk., (2011); Gross dkk., (2013) sintesis ZIF-8 dalam pelarut metanol dilakukan dalam suhu kamar dengan perbandingan mol  $\text{Zn}^{2+} : \text{MeIm} = 1:4$  menggunakan metode solvotermal. Selain menggunakan metode solvotermal, ZIF-8 berhasil disintesis menggunakan metode

hidrotermal dalam pelarut air seperti pada penelitian yang dilaporkan oleh Shi dkk., (2017); Pan dkk., (2011) sintesis ZIF-8 dalam pelarut air dilakukan dengan perbandingan mol  $Zn^{2+}$  : MeIm = 1:70 dalam suhu kamar menggunakan metode hidrotermal.

Berdasarkan uraian diatas, akan dilakukan penelitian sintesis ZIF-8 dalam variasi pelarut DMF, metanol, dan aquades, tujuannya adalah untuk mengetahui perbandingan karakteristik dari variasi setiap pelarut. Penentuan variasi pelarut didasarkan dari penelitian Hikmawansyah (2015), Pratiwi (2015), dan Firmany (2017).

## **1.2 Rumusan Masalah**

Rumusan masalah dalam penelitian ini adalah bagaimana mensintesis ZIF-8 menggunakan pelarut berbeda-beda yaitu DMF, metanol dan aquades dan untuk dibandingkan karakteristiknya.

## **1.3 Tujuan**

Penelitian ini bertujuan untuk mensintesis ZIF-8 menggunakan pelarut berbeda-beda yaitu DMF, metanol dan aquades dan untuk dibandingkan karakteristiknya.

## **1.4 Manfaat**

Manfaat dari penelitian ini adalah didapatkannya material ZIF-8 untuk diaplikasikan sebagai zat warna metilen biru dan katalis kitosan.

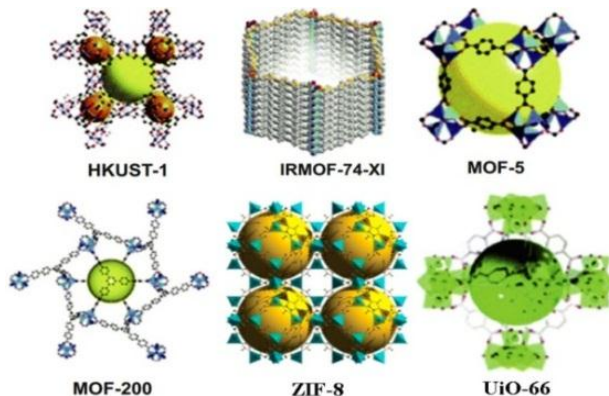
*“halaman ini sengaja dikosongkan”*

## BAB II TINJAUAN PUSTAKA

### 2.1 *Metal Organic Frameworks (MOF)*

MOF adalah *subclass* dari material berpori tersusun atas kluster logam yang dihubungkan oleh ligan organik. Berdasarkan jenisnya MOF dapat dibagi menjadi beberapa macam, yaitu: ZIF, *Isorecticular Metal Organic Frameworks (IRMOF)*, *Hongkong University of Science and Technology-1 (HKUST-1)*, *University Of Oslo-66 (UiO-66)*. MOF memiliki karakteristik luas permukaan yang tinggi mencapai 10000 m<sup>2</sup>/g serta struktur dan ukuran pori yang teratur, sehingga dapat digunakan dalam berbagai macam aplikasi, seperti penyimpan hidrogen, katalis dan adsorpsi (Kadhom dkk., 2018).

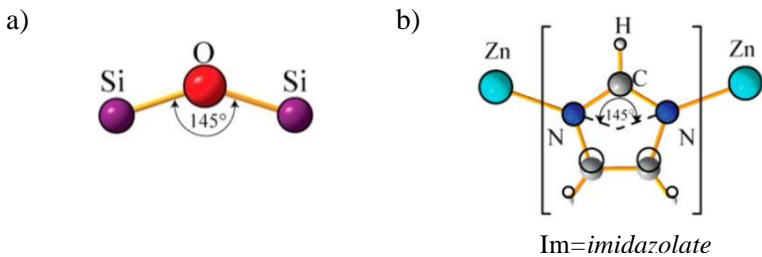
Perbedaan ion logam dan ligan organik dalam pembentukan MOF menghasilkan bentuk, ukuran dan volume yang bermacam-macam. SBU merupakan struktur untuk menghasilkan bentuk MOF berpori. Struktur kristal dari MOF dapat ditunjukkan pada Gambar 2.1.



Gambar 2.1 Struktur MOF (Yap dkk., 2017).

## 2.2 Zeolitic Imidazolate Frameworks (ZIF)

ZIF adalah sebuah kerangka kerja MOF yang dibentuk dari ion logam tetrahedral (misalnya Zn, Co) yang dihubungkan oleh *imidazolate* sebagai ligan organik berpori. ZIF memiliki bentuk menyerupai zeolit dengan topologi yang terdiri dari: ion logam terhubung melalui linker organik yaitu cincin *imidazolate* dimana jembatan T-O-T (T=Si, Al), digantikan oleh M-Im-M (M=Zn, Co, In, Cu, Im=*imidazolate*) (Malkar dkk., 2018). ZIF memiliki morfologi yang berbeda-beda dan terdiri atas bermacam-macam bentuk, seperti: dodecahedral, kubik, dll. Seperti yang ditunjukkan pada Gambar 2.2. (a) struktur Si-O-Si sebesar  $145^\circ$ , dan Gambar 2.2. (b) struktur M-Im-M sebesar  $145^\circ$ .



Gambar 2.2 a) Struktur Si-O-Si sebesar  $145^\circ$  (Bennet., 2014).

b) Struktur M-Im-M sebesar  $145^\circ$  (Bennet., 2014).

Sifat yang dimiliki oleh ZIF adalah stabilitas kimia/termal yang tinggi bila dibandingkan dengan MOF lainnya (Phan dkk., 2010; He dkk., 2014; Massoudinejad dkk., 2018). ZIF memiliki mikroporositas  $<5,0 \text{ \AA}$  dengan luas permukaan serta volume mikropori sebesar  $0,65 \text{ cm}^3/\text{g}$  pada rasio  $\text{mmol Zn}^{2+} : \text{MeIm} = 1:40$  (Khan dkk., 2018). Sehingga, ZIF-8 dapat disintesis dengan berbagai macam pelarut, seperti: dimetil formamida (DMF), metanol dan air. Berdasarkan komposisi, topologi dan parameter yang memenuhi menjadi kerangka *frameworks*, ZIF berhasil disintesis menjadi 12 tipe, yaitu ZIF-1, ZIF-2, ZIF-3, ZIF-4,

ZIF-5, ZIF-6, ZIF-7, ZIF-8, ZIF-9, ZIF-10, ZIF-11, ZIF-12. Seperti ditunjukkan pada Tabel 2.1.

Tabel 2.1 Komposisi, struktur dan parameter untuk senyawa ZIF.

ZIF-n	Komposisi	Zeolit	d (Å)
ZIF-1	Zn(Im) <sub>2</sub>	BCT	6,94
ZIF-2	Zn(Im) <sub>2</sub>	BCT	6,00
ZIF-3	Zn(Im) <sub>2</sub>	DFT	8,02
ZIF-4	Zn(Im) <sub>2</sub>	-	2,04
ZIF-5	In <sub>2</sub> Zn <sub>3</sub> (Im) <sub>12</sub>	-	3,03
ZIF-6	Zn(Im) <sub>2</sub>	GIS	8,80
ZIF-7	Zn(PhIm) <sub>2</sub>	SOD	4,31
ZIF-8	Zn(MeIm) <sub>2</sub>	SOD	11,60
ZIF-9	Co(PhIm) <sub>2</sub>	SOD	4,31
ZIF-10	Zn(Im) <sub>2</sub>	MER	12,12
ZIF-11	Zn(PhIm) <sub>2</sub>	RHO	14,64
ZIF-12	Co(PhIm) <sub>2</sub>	RHO	14,64

Keterangan:

BCT : *Body-Centered* Tetragonal

DFT : *Density Functional Theory*

GIS : Gismondine

SOD : Sodalit

MER : Merlinoite

RHO : Rho

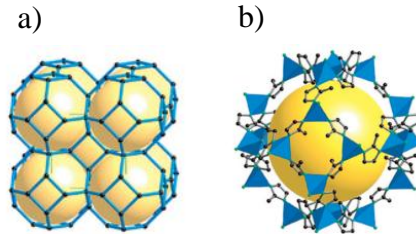
(Park dkk., 2006)

### 2.3 ZIF-8

ZIF-8 merupakan material anorganik yang banyak dilakukan penelitian oleh para peneliti. Kerangka ZIF-8 berbentuk seperti struktur sodalit seperti yang ditunjukkan pada Gambar 2.3.a. ZIF-8 adalah kerangka logam organik yang dibuat oleh ion logam Zn<sup>2+</sup> yang dihubungkan dengan ligan *2-methylimidazole* (MeIm). ZIF-8 memiliki karakteristik luas permukaan sebesar 1800 m<sup>2</sup>/g,



stabilitas termal tinggi, memiliki topologi seperti sodalit dengan diameter 1,16 nm, lubang pori 0,34 nm dan ukuran pori 11.6 Å. Selain itu, sintesis ZIF-8 relatif mudah. ZIF-8 memiliki bentuk morfologi yang bermacam-macam, yaitu dodecahedral, kubik, dan berbentuk daun bergantung pada metode sintesis dan jenis pelarut yang digunakan (Jafari dkk., 2018; Lai dkk., 2018). Berdasarkan penelitian yang dilaporkan oleh Lee dkk., (2018) ZIF-8 disintesis menggunakan metode solvotermal dalam pelarut DMF dan menghasilkan volume mikropori 0,51 cm<sup>2</sup>/g, luas S<sub>BET</sub> 1370 m<sup>2</sup>/g.



Gambar 2.3 a) Struktur SOD ZIF-8; b) Struktur kristal ZIF-8 Zn (polyhedral), N (bulat), dan C (garis) (Park dkk., 2006).

## 2.4 Metode Sintesis ZIF-8

ZIF-8 dapat disintesis menggunakan metode solvotermal dan hidrotermal dalam variasi pelarut. Pemilihan metode solvotermal dalam sintesis, dikarenakan metode tersebut menggunakan reaksi kimia dalam larutan tak berair melalui suhu yang relatif tinggi dan dilakukan dalam wadah tertutup/autoklaf di bawah kondisi pelarut subkritis atau superkritis. Prinsip metode solvotermal berbeda dengan metode sintesis lainnya, metode solvotermal memiliki kelebihan, yaitu: peningkatan kelarutan reaktan, peningkatan reaktivitas reaktan, dan pembuatan fase metastabil yang sulit dibuat maupun tidak dapat dibuat (Shi dkk., 2010). Baru-baru ini, sintesis ZIF-8 dilakukan menggunakan metode solvotermal dalam pelarut metanol, didapatkan kristal ZIF-8 dengan ukuran 300 µm (Bux dkk., 2009; Cravillon dkk., 2011).

Namun, menurut beberapa penelitian sebelumnya, kristal ZIF-8 hasil sintesis didapatkan dengan ukuran 150  $\mu\text{m}$  (Nordin dkk., 2014). Berdasarkan penelitian oleh Bao dkk., (2013) dan Nadjib dkk., (2016) sintesis ZIF-8 dilakukan menggunakan metode solvothermal dalam suhu kamar dengan perbandingan rasio mmol  $\text{Zn}^{2+}$  : MeIm adalah 1:2 pada suhu 40-100°C dalam pelarut *N,N*-dimetilformamida (DMF). Selain itu, ZIF-8 dapat disintesis menggunakan metode hidrotermal, seperti penelitian yang dilaporkan oleh Cravillon dkk., (2009). Akan tetapi, berdasarkan penelitian yang dilaporkan oleh Lai dkk., (2016); Feng dkk., (2017) proses pembentukan ZIF-8 dalam pelarut air membutuhkan konsumsi bahan kimia yang sangat banyak.

Penggunaan pelarut dalam penelitian mempengaruhi perbandingan mol  $\text{Zn}^{2+}$ : MeIm, suhu pemanasan, dan banyaknya padatan hasil sintesis. Sehingga ZIF-8 dapat disintesis menggunakan variasi pelarut (DMF, metanol dan air). Seperti yang ditunjukkan pada Tabel 2.2.

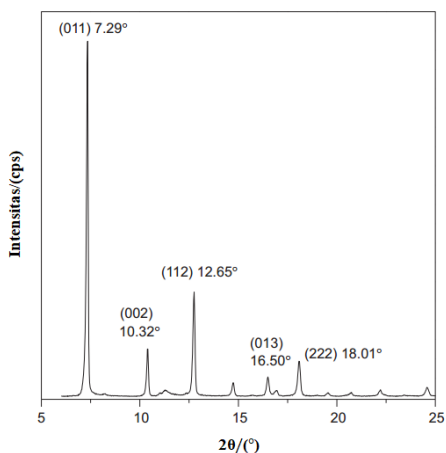
Tabel 2.2 Kondisi Operasional sintesis ZIF-8

Reaktan	Pelarut	Kondisi (mol & suhu)	Hasil	Peneliti
$\text{Zn}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ + 2-MeIm	DMF	1:1 (140°C)	Volume pori 0,663 $\text{cm}^3/\text{g}$ , luas permukaan 1,947 $\text{m}^2/\text{g}$	Park dkk., 2006
$\text{Zn}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ + 2-MeIm	DMF	1:1 (140°C)	Luas permukaan 1600 $\text{m}^2/\text{g}$	Nguyen dkk., 2012
$\text{Zn}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ + 2-MeIm	Metanol	1:8 (150°C)	Luas permukaan 1072 $\text{m}^2/\text{g}$ , ukuran partikel-45 nm	Venna dkk., 2010
$\text{Zn}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ + 2-MeIm	Metanol	1:8 (suhu kamar)	Ukuran partikel 50 nm, dan yield 50%.	Cravillon dkk., 2009
$\text{Zn}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ + 2-MeIm	Air	1:4 (suhu kamar)	Luas permukaan 528 $\text{m}^2/\text{g}$ , volume pori 0,21 $\text{m}^3/\text{g}$	Gross dkk., 2012
$\text{Zn}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ + 2-MeIm	Air	1:70 (suhu kamar)	Yield 80%, ukuran kristal-85 nm, luas permukaan 1079 $\text{m}^2/\text{g}$	Pan dkk., 2011

### 2.4.1 Metode Sintesis ZIF-8 dalam pelarut DMF

Penelitian yang dilakukan Zhang dkk., (2011) ZIF-8 dibentuk dengan mencampurkan 0,95 gram (3,2 mmol)  $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  dan 0,24 gram (3,4 mmol) *2-methylimidazole* (MeIm) yang dilarutkan dalam 70 mL DMF. Kemudian, campuran dipindahkan dengan autoklaf 100 mL. Selanjutnya, campuran dipanaskan dengan autoklaf pada laju 5 K/menit dalam suhu 413 K. Sintesis dilakukan dengan metode solvotermal dalam botol vial tertutup. Campuran didinginkan pada laju 0,3 K/menit dalam temperatur kamar. Kemudian, campuran dipisahkan antara endapan dan filtrat. Setelah itu, dimasukkan 40 mL kloroform dalam botol vial 50 mL.

Pada penelitian Park dkk., (2006) ZIF-8 disintesis dengan mencampurkan 0,21 gram (0,000083 mmol)  $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  dan Hmim 0,06 gram (0,0000731 mmol) dilarutkan dalam 18 mL DMF dalam 20 mL botol vial. Botol ditutup dan dipanaskan pada laju  $5^\circ\text{C}/\text{menit}$  hingga suhu  $140^\circ\text{C}$  selama 24 jam. Selanjutnya, campuran didinginkan pada laju  $0,4^\circ\text{C}/\text{menit}$  hingga suhu kamar.



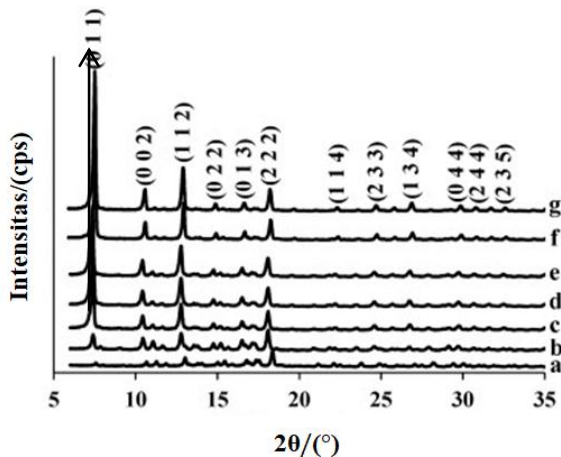
Gambar 2.4 Difraktogram XRD ZIF-8 standar dalam pelarut DMF (Zhang dkk., 2011).

Kemudian cairan induk dihilangkan dari campuran, dengan melakukan penambahan 20 mL kloroform dalam botol vial. Campuran dicuci dengan 10 mL DMF sebanyak tiga kali dengan pelarutnya diganti tiap harinya. Campuran dikeringkan di udara terbuka selama 10 menit..

Berdasarkan penelitian Zhang dkk., (2011) hasil difraktogram ZIF-8 dalam pelarut DMF didapatkan pada puncak khas  $2\theta$ :  $7,29^\circ$ ;  $10,32^\circ$ ;  $12,65^\circ$ ;  $16,50^\circ$  dan  $18,01^\circ$  menunjukkan kristalinitas sangat tinggi dalam pelarut DMF. Seperti yang ditunjukkan pada Gambar 2.4.

#### 2.4.2 Metode Sintesis ZIF-8 dalam pelarut Metanol

Penelitian yang dilakukan oleh Venna dkk., (2010) ZIF-8 dibentuk dengan mencampurkan 0,30 gram  $Zn(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$  dan 0,66 gram *2-methylimidazole* (MeIm) yang dilarutkan dalam 11,3 mL metanol. Kemudian campuran diaduk dalam beberapa variasi waktu dan disentrifugasi dengan kecepatan 4000 rpm.



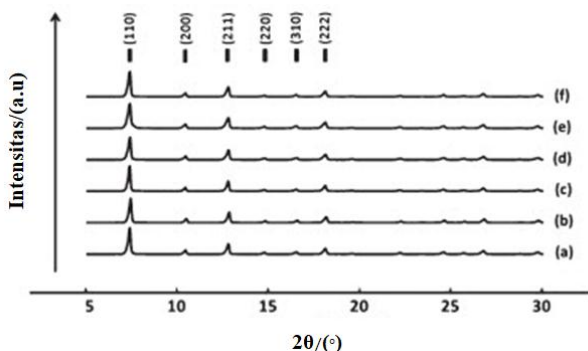
Gambar 2.5 Difraktogram XRD ZIF-8 standar dalam pelarut metanol (Venna dkk., 2010).

Campuran dicuci dengan 20 mL metanol dengan pelarutnya diganti tiap harinya. Kemudian dipanaskan dalam suhu 70°C selama 24 jam.

Menurut penelitian yang dilaporkan oleh Venna dkk., (2010) ZIF-8 dibentuk dengan mencampurkan  $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$  dan *2-methylimidazole* (MeIm) dalam pelarut metanol pada suhu kamar, didapatkan difraktogram ZIF-8 dalam pelarut metanol pada puncak khas  $2\theta$ : 8,1° (001), 10,2° (002), 13,8° (112), 18,3° (222). Seperti yang diperlihatkan pada Gambar 2.5.

### 2.4.3 Metode Sintesis ZIF-8 dalam pelarut Air

Penelitian yang dilakukan Kida dkk., (2013) ZIF-8 dibentuk dengan mencampurkan 1,17 gram  $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  dan 22,70 gram *2-methylimidazole* (MeIm) dilarutkan dalam 80 mL aqua demineralisasi pada suhu kamar. Setelah itu, kedua larutan dicampur dan diaduk 5 menit dan berubah warna seperti susu. Selanjutnya campuran disentrifugasi, dan dicuci dengan air demineralisasi dengan pelarut diganti tiap harinya. Campuran dipanaskan dalam suhu 65°C selama semalam.



Gambar 2.6 Difraktogram XRD ZIF-8 standar dalam pelarut air (Kida dkk., 2013).

Menurut penelitian Gross dkk., (2012) ZIF-8 disintesis dalam pelarut air dengan penambahan modulator TEA (trietilamin). TEA (trietilamin) membantu mendeptonasi ligan *2-methylimidazole* dalam pelarut air. Dari penelitian Kida dkk., (2013) difraktogram ZIF-8 hasil sintesis dalam pelarut air didapatkan puncak khas  $2\theta$ :  $7,8^\circ$  (110),  $10,4^\circ$  (200),  $13,7^\circ$  (211),  $18,4^\circ$  (222). Seperti yang ditunjukkan pada Gambar 2.6.

## 2.5 Kristalinitas Relatif ZIF-8 dalam Beberapa Pelarut

Perhitungan derajat kristalinitas ZIF-8 dalam beberapa pelarut adalah untuk mengetahui % kristalinitas material ZIF-8 dari masing-masing puncak, yang dapat dihitung berdasarkan penelitian Feng dkk., (2016). Rumus yang digunakan terdapat dalam persamaan 2.1.

$$K = \frac{L_c}{L} \times 100\% \quad (2.1)$$

Dimana: K adalah kristalinitas yang dicari,  $L_c$  = luas area dibawah kurva yang dicari,  $L$  = luas area dibawah kurva. (Feng dkk., 2016).

## 2.6 Instrumentasi dalam Karakterisasi ZIF-8

Material ZIF-8 hasil sintesis dari beberapa macam instrumentasi digunakan untuk mengetahui struktur kristal, gugus fungsi, morfologi dan luas permukaan. Beberapa metode analisis yang digunakan untuk karakterisasi ZIF-8 adalah Difraksi Sinar-X (XRD), *Spektroskopi Fourier Transform Infrared* (FTIR), *SEM-EDX* (*Scanning Electron Microscope-Energy Dispersive X-Ray*).

### 2.6.1 Difraksi Sinar-X (XRD)

Difraksi Sinar-X (*X-Ray Diffraction/XRD*) adalah metode karakterisasi dan identifikasi material padatan untuk menentukan

dimensi unit, fasa stabil, jarak antar atom, bentuk kristal dan ukuran kristal (Leofanti dkk., 1997).

Prinsip XRD adalah mengamati hamburan sudut pantul dari sinar yang ditembakkan ke sampel. Hukum yang terkait dengan pemantulan sinar adalah hukum Bragg. Persyaratan yang harus dipenuhi agar berkas sinar-X dapat dipantulkan adalah berkas difraksi sinar-X (Leofanti dkk., 1997). Hamburan sinar-X disebabkan oleh pantulan sinar-X yang diterima oleh atom-atom/ion-ion penyusun kristal membentuk bidang-bidang kisi imajiner. Bidang-bidang kisi imajiner tersebut memiliki jarak tertentu yang sama ordenya dengan sinar-X dan memiliki tingkat keteraturan dan keberulangan yang tinggi. Pola difraksi dihasilkan dari hamburan bersifat spesifik, pada struktur dan komposisi unsur pembentuk kristal tertentu dan bersifat seperti sidik jari. Sinar-X biasanya didapatkan dari tabung sinar-X atau radiasi synchrotron. Sinar-X dihasilkan ketika berkas elektron dipercepat dengan medan bervoltase tinggi menumbuk target padatan yang diam, saat elektron berenergi dan berkecepatan tinggi menumbuk atom-atom di dalam padatan, maka elektron-elektron mengalami perlambatan dengan melepaskan radiasi sinar-X dengan spektrum kontinu, disebut radiasi Bremsstrahlung. Ketika ada sinar-X datang sebanyak  $\theta_B$  menumbuk bahan kristal, dipantulkan oleh sinar difraksi sebanyak  $\theta_B$  menjadi  $2\theta_B$  yang terjadi dinamakan interferensi konstruktif, maka dapat ditulis persamaan dari Hukum Bragg. Seperti dalam persamaan 2.2.

$$n \lambda = 2 d \sin \theta \quad (2.2)$$

Dimana  $n$  adalah orde bias (0, 1, 2, 3,.....),  $\lambda$  = panjang gelombang sinar-X (nm),  $d$  = jarak antara dua bidang kisi (cm),  $\theta$  = sudut antara sinar datang dengan bidang normal, selanjutnya ditransmisikan ke bidang datar untuk mengetahui difraktogram dari sampel yang akan disintesis. Sinar-X yang nampak

dipantulkan dari kristal saat sudutnya memenuhi persamaan Bragg.

Prinsip kerja XRD, tahapan kerja *X-ray diffraction* (XRD) terdiri dari empat tahap, yaitu: produksi, difraksi, deteksi dan interpretasi. Untuk dapat melakukan fungsinya, *X-ray diffraction* (XRD) dilengkapi oleh komponen-komponen penting seperti: tabung sinar-X, *monochromator*, *detector* dan lain-lain. Seperti ditunjukkan pada Gambar 2.7.



Gambar 2.7 Komponen-komponen *X-Ray Diffraction* (XRD)  
(Rahman., 2008)

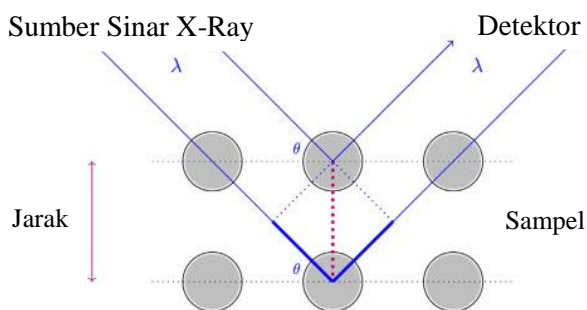
Metoda yang biasa dipakai adalah memplot intensitas difraksi XRD terhadap sudut difraksi  $2\theta$ . Intensitas akan meninggi pada nilai  $2\theta$  yang terjadi difraksi, Intensitas yang tinggi tersebut dalam grafik terlihat membentuk puncak-puncak pada nilai  $2\theta$  tertentu. Pelebaran puncak bisa diartikan material yang benar-benar amorph, butiran yang sangat kecil dan bagus, atau material yang memiliki ukuran kristal sangat kecil melekat dengan struktur matriks yang amorph. Dari lebar puncak pada grafik XRD.



Syarat terjadinya difraksi yaitu:

1. Jarak antara lapisan dari atom-atom secara kasar harus sama dengan panjang gelombang difraksi.
2. Pusat hamburan harus terdistribusi secara teratur dalam hukum Bragg.

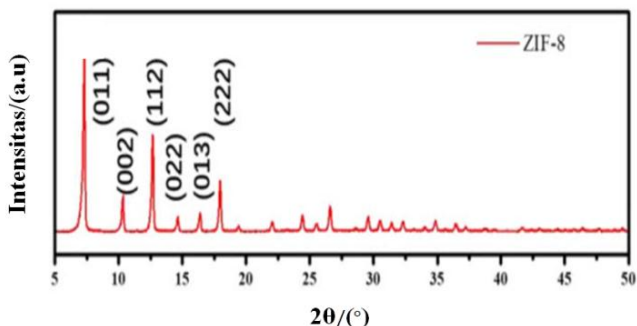
Material yang dapat dianalisa menggunakan difraksi sinar-X memiliki bentuk seperti serbuk, padatan, film atau pita. Banyaknya sampel yang diperlukan adalah beberapa miligram. Namun, akan lebih akurat bila akurasi yang diperlukan lebih besar bila sampel yang digunakan mencapai 1 gram (Sibilia., 1996). Difraksi sinar-X dapat ditunjukkan pada Gambar 2.8.



Gambar 2.8 Difraksi Sinar-X (Crews dkk., 2018).

Metode difraksi sinar-X adalah metode instrumentasi yang sering digunakan dalam sintesis ZIF-8. Metode difraksi sinar-X menunjukkan difraktogram material hasil sintesis ZIF-8 atau ZIF lain (ZIF-1, ZIF-2, ZIF-3, ZIF-4, ZIF-5, ZIF-6, ZIF-7). Seperti yang ditunjukkan Gambar 2.9 adalah difraktogram ZIF-8 hasil sintesis menggunakan metode solvotermal, pada puncak khas  $2\theta$ :  $7,31^\circ$  (011),  $10,36^\circ$  (002),  $12,72^\circ$  (112),  $14,40^\circ$  (022),  $16,45^\circ$  (013),  $18,04^\circ$  (222). Pola XRD *direcord* dari nanokristal ZIF-8 sangat cocok dengan pola yang disimulasikan, menunjukkan

produk ZIF-8 yang disintesis adalah bentuk murni ZIF-8 (Nie dkk., 2017). Seperti yang ditunjukkan pada Gambar 2.9.

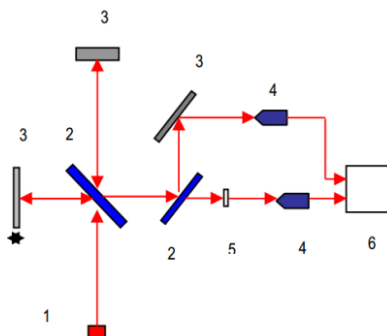


Gambar 2.9 Difraktogram hasil karakterisasi ZIF-8 nanokristal (Nie dkk., 2017).

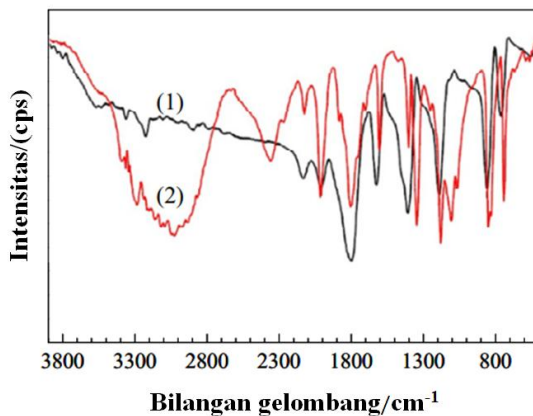
### 2.6.2 *Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FTIR)*

FTIR adalah teknik instrumentasi yang digunakan untuk mengidentifikasi gugus fungsi baik dalam senyawa organik maupun anorganik dengan mengukur penyerapan radiasi inframerah pada panjang gelombang. Bagian-bagian dari spektroskopi FTIR, meliputi: penyerapan, refleksi, emisi, atau spektrum fotoakustik. Sampel yang digunakan biasanya dalam keadaan padat, cair atau gas. Ukuran sampel yang akan dianalisis umumnya beberapa milligram. Akan tetapi, spektra yang didapat dari karakterisasi besarnya 50 pikogram. Prinsip kerja FTIR adalah Spektrum inframerah tersebut dihasilkan dari pentransmisian cahaya yang melewati sampel, pengukuran intensitas cahaya dengan detektor dan dibandingkan dengan intensitas tanpa sampel sebagai fungsi panjang gelombang. Spektrum inframerah yang diperoleh kemudian diplot sebagai intensitas fungsi energi, panjang gelombang ( $\mu\text{m}$ ) atau bilangan gelombang ( $\text{cm}^{-1}$ ). Analisis gugus fungsi suatu sampel dilakukan dengan membandingkan pita absorpsi yang terbentuk pada spektrum inframerah menggunakan tabel korelasi dan

menggunakan spektrum senyawa pembanding (yang sudah diketahui) (Anam dkk., 2007). Skema alat spektroskopi FTIR secara sederhana ditunjukkan pada Gambar 2.10



Gambar 2.10 Skema alat spektroskopi FTIR. (1) Sumber Inframerah (2) Pembagi Berkas (*Beam Splitter*) (3) Kaca Pemantul (4) Sensor Inframerah (5) Sampel (6) Display (Anam dkk., 2007).



Gambar 2.11 Spektra IR ZIF-8 (1) dan *2-methylimidazole* (2) (Nguyen dkk., 2012).

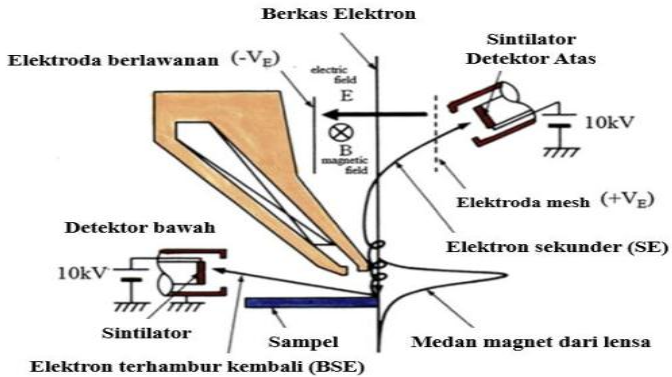
Serapan inframerah digunakan untuk mengetahui pita inframerah dari komponen maupun struktur molekul karakterisasi, untuk mengetahui gugus-gugus fungsi dari suatu senyawa (Sibilia., 1996).

Berdasarkan penelitian (Nguyen dkk., 2012) menunjukkan spektra IR pada bilangan gelombang 3400-2200  $\text{cm}^{-1}$  muncul pita lebar dan kuat menandakan terbentuk ikatan hidrogen N-H-N. Namun, pada puncak 1846  $\text{cm}^{-1}$  terjadi vibrasi peregangan N-H, menunjukkan ligan *2-methylimidazole* telah terdeprotonasi selama pembentukan struktur ZIF-8. Seperti yang ditunjukkan pada Gambar 2.11.

### ***2.6.3 Scanning Electron Microscope (SEM)***

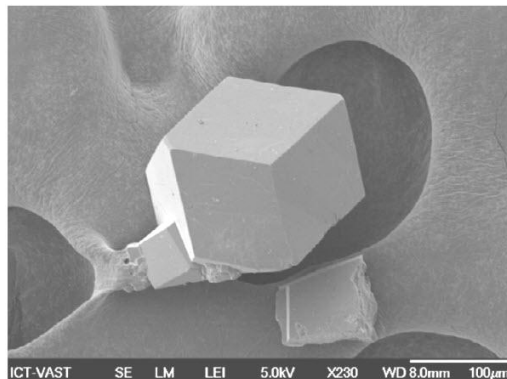
SEM merupakan alat yang digunakan untuk memindai sinar elektron terfokus di atas permukaan sampel untuk mengetahui mikrostruktur (termasuk porositas maupun retakan). Selain itu, SEM memiliki manfaat untuk mengetahui morfologi, komposisi, informasi, kristalografi permukaan partikel. Elektron dalam berkas berinteraksi dengan sampel menghasilkan beberapa sinyal, yang digunakan untuk mendapatkan informasi mengenai topografi permukaan dan komposisi. Prinsip kerja SEM adalah elektron membawa energi kinetik, kemudian energi dihamburkan berbagai sinyal yang dihasilkan oleh interaksi sampel elektron, lensa magnetik memfokuskan elektron menuju sampel, sinar elektron yang terfokus memindai keseluruhan sampel dengan koil pemindai, ketika elektron mengenai sampel, maka sampel akan mengeluarkan elektron yang diterima oleh detektor. Seperti yang ditunjukkan pada Gambar 2.12

Daerah yang digunakan dalam metode pemindaian SEM menggunakan teknik konvensional dengan perbesaran mulai dari 20x hingga sekitar 30000x, resolusi spasial 50 hingga 100 nm (Reichelt, R., 2007).



Gambar 2.12 Komponen alat SEM (Yoshida dkk., 2011)

Sintesis ZIF-8 dilakukan dengan mencampurkan prekursor  $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$  dengan ligan *2-methylimidazole* (MeIm) yang dipanaskan dalam suhu  $140^\circ\text{C}$  selama 24 jam, kemudian campuran didinginkan dalam suhu kamar. Didapatkan bentuk morfologi ZIF-8 menunjukkan kristal kubik yang berbentuk baik dan berkualitas tinggi dengan ukuran partikel  $42 \mu\text{m}$  (Nguyen dkk., 2012). Seperti yang diperlihatkan pada Gambar 2.13.



Gambar 2.13 Morfologi dari permukaan sampel ZIF-8 (Nguyen dkk., 2012).

#### **2.6.4 Energy Dispersive X-Ray (EDX)**

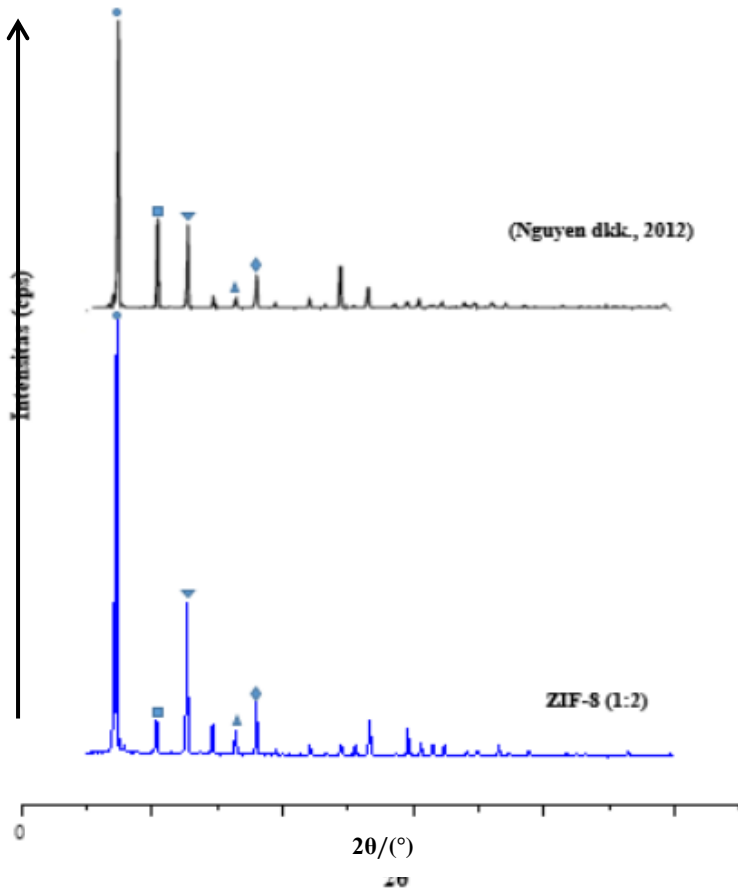
EDX adalah teknik instrumentasi yang digunakan untuk menganalisis unsur atau karakterisasi sampel kimia. EDX merupakan salah satu jenis spektroskopi yang bergantung pada sampel melalui interaksi antara radiasi elektromagnetik dan materi. Analisis sinar-X dipancarkan oleh materi, sebagai respons terhadap partikel yang bermuatan dengan memanfaatkan spektrum sinar-X yang dipancarkan oleh sampel padat, dengan sinar elektron terfokus untuk mendapatkan analisis secara kimia. Analisis kualitatif melibatkan, identifikasi garis dalam spektrum sinar-X. Analisis kuantitatif adalah penentuan konsentrasi unsur-unsur yang mengukur intensitas garis untuk setiap elemen dalam sampel. Sebagian, hasil karakterisasi disebabkan oleh setiap elemen memiliki struktur atom yang unik (Cantoni, M., 2014). Berdasarkan penelitian yang dilaporkan oleh (Cho dkk., 2013) komposisi penyusun ZIF-8 terdiri atas unsur karbon (C), nitrogen (N) dan hidrogen (H) yang masing-masing besarnya 42,2; 24,6; dan 4,4%.

### **2.7 Hasil dari beberapa Peneliti sebelumnya**

#### **2.7.1 ZIF-8 DMF**

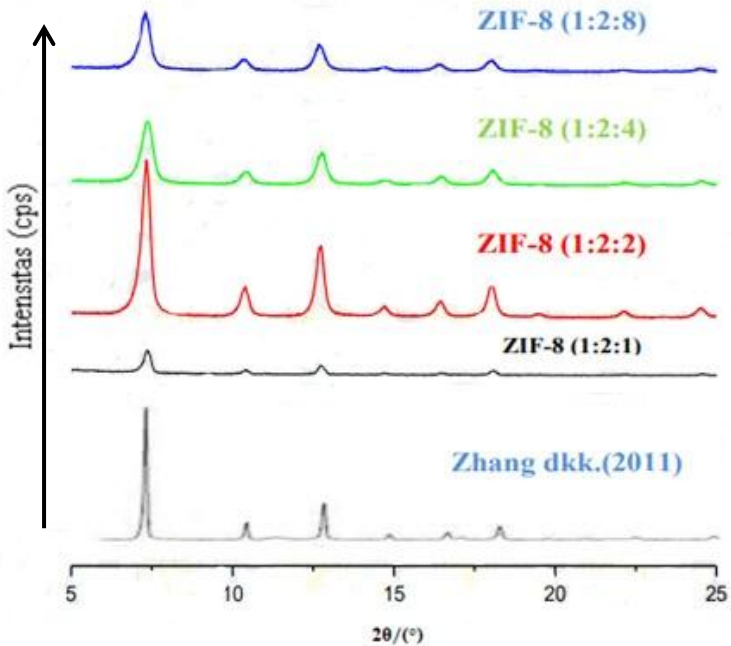
Hasil penelitian yang dilakukan oleh (Firmany., 2017). Puncak karakteristik ZIF-8 hasil sintesis tersebut sesuai dengan pola difraktogram ZIF-8 yang disintesis oleh Nguyen dkk. (2012), yaitu puncak pada sudut  $2\theta = 7,29^\circ$  dengan intensitas kuat, puncak pada sudut  $2\theta = 10,32^\circ$  dan  $12,65^\circ$  dengan intensitas sedang, serta puncak pada sudut  $2\theta = 16,50^\circ$  dan  $18,10^\circ$  dengan intensitas lemah. Kesesuaian difraktogram ZIF-8 hasil sintesis dengan referensi menunjukkan bahwa ZIF-8 telah berhasil disintesis. Difraktogram ZIF-8 hasil sintesis menunjukkan lebar puncak yang kecil dengan intensitas yang tinggi. Hal ini mengindikasikan bahwa ZIF-8 hasil sintesis mempunyai kristalinitas yang tinggi dan ukuran partikel yang besar. Hal tersebut sesuai dengan yang telah dilaporkan oleh Prasetyoko

(2014), bahwa semakin kecil lebar puncak difraksi, maka semakin besar ukuran partikel kristalnya.



Gambar 2.14 Difraktogram XRD ZIF-8 hasil sintesis (1:2) dan ZIF-8 hasil referensi (= 7,31°; = 10,33°; = 12,56°; = 16,43; = 17,99°) (Firmany., 2017).

### 2.7.2 ZIF-8 Metanol



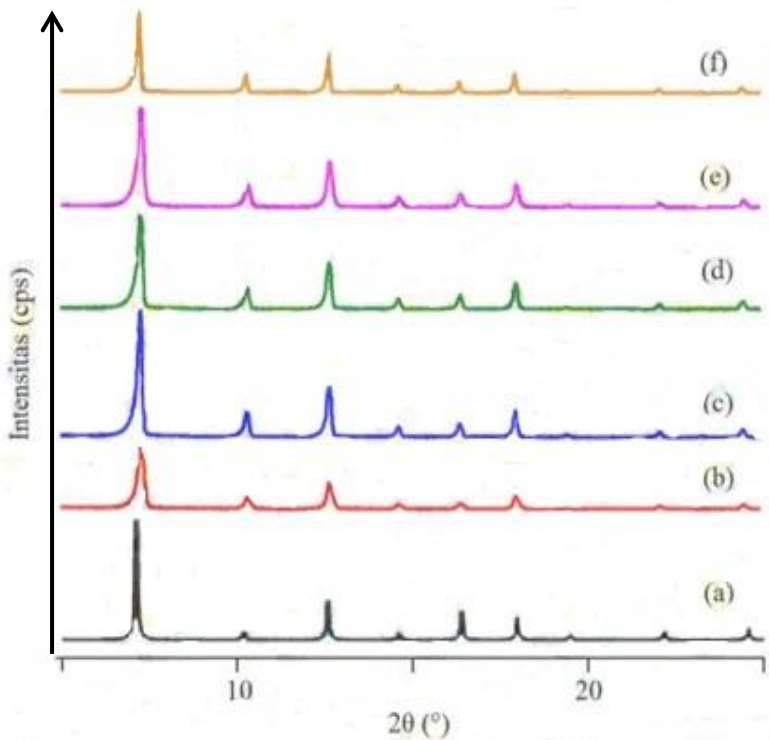
Gambar 2.15 Pola difraksi sinar-X sampel hasil sintesis ZIF-8 dan penelitian yang dilakukan oleh (Pratiwi., 2015).

Hasil penelitian yang dilakukan oleh (Pratiwi., 2015). Pada difraktogram, sampel hasil sintesis dengan penambahan TEA 1:2:1, 1:2:2, 1:2:4, dan 1:2:8 menunjukkan puncak-puncak karakteristik utama dari kristal ZIF-8 pada sudut  $2\theta = 7,34^\circ$ ;  $10,39^\circ$ ;  $12,7^\circ$ ;  $16,4^\circ$ ; dan  $18,01^\circ$ . Puncak-puncak karakteristik tersebut sesuai dengan yang telah dilaporkan oleh Zhang dkk., (2010) yang muncul pada  $2\theta$  sebesar  $7,29^\circ$  dengan intensitas kuat,  $10,32^\circ$  dan  $12,65^\circ$  dengan intensitas sedang,  $16,50^\circ$  dan  $18,01^\circ$  dengan intensitas lemah. Akan tetapi, hasil sintesis dengan penambahan TEA 1:2:1 memiliki intensitas yang sangat lemah



pada puncak dengan  $2\theta = 7,3^\circ$  dan  $12,65^\circ$ . Hal ini dikarenakan pada penambahan trietilamin (TEA) yang sedikit mengakibatkan TEA belum cukup kuat untuk mendeptonasi ligan, sehingga ligan tidak cukup kuat berikatan dengan  $Zn^{2+}$ .

### 2.7.3 ZIF-8 Aquades



Gambar 2.16 Perbandingan difraktogram material hasil sintesis dengan ZIF-8 simulasi (a) ZIF-8 simulasi (Bao dkk., 2013); (b) ZIF-8; (c) Ni-ZIF-8 5%; (d) Ni-ZIF-8 10%; (e) Ni-ZIF-8 20% dan (f) Ni-ZIF-8 30% (Hikmawansyah., 2015).

Hasil penelitian yang dilakukan oleh (Hikmawansyah., 2015). Puncak-puncak karakteristik padatan hasil sintesis berada pada  $2\theta$  sekitar  $7,3$ ;  $10,3$ ;  $12,7$ ;  $16,44$  dan  $18,03^\circ$  dengan intensitas tertinggi muncul pada  $2\theta = 7,3^\circ$ . Hal ini menunjukkan bahwa ZIF-8 (hasil sintesis) telah berhasil disintesis karena memiliki puncak karakteristik pada  $2\theta$  yang sama dengan ZIF-8 simulasi. Seluruh difraktogram Ni-ZIF-8 (5, 10, 20 dan 30%) juga menunjukkan puncak karakteristik ZIF-8 pada  $2\theta$  yang sedikit bergeser. Hal ini mengindikasikan tidak terjadi perubahan struktur kerangka akibat dari penambahan Ni dalam sintesis. Namun, terjadi perubahan intensitas puncak yang ditunjukkan oleh difraktogram variasi Ni-ZIF-8 dimana intensitas puncak dari difraktogram variasi Ni-ZIF-8 lebih tinggi dari ZIF-8. Perbedaan intensitas puncak karakteristik pada masing-masing padatan hasil sintesis menunjukkan bahwa terdapat tingkat kristalinitas yang juga berbeda-beda.

*“halaman ini sengaja dikosongkan”*

## BAB III METODOLOGI PERCOBAAN

### 3.1 Alat dan Bahan

#### 3.1.1 Alat

Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini adalah botol pereaksi (Duran), botol vial, gelas beaker, spatula, kaca arloji, neraca analitik, labu ukur, pipet ukur, pipet volume, pipet tetes, oven, *hot plate*, corong, dan *magnetic stirrer*. Instrumen yang digunakan adalah *X-Ray Diffraction* (XRD-Philips PW1140/90), *Scanning Electron Microscope-Energy Dispersive X-Ray* (Hitachi Flex SEM-1000), Spektrofotometer FTIR (8400S Shimadzu).

#### 3.1.2 Bahan

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah seng nitrat tetrahidrat ( $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ ) (Sigma Aldrich, 99%), *2-methylimidazole* (MeIm) ( $\text{C}_4\text{H}_6\text{N}_2$ , Sigma Aldrich, 99%), *N,N*-dimetilformamida (DMF), ( $\text{C}_3\text{H}_7\text{NO}$ , Merck Pro Analysis 99,8%), metanol (MeOH), ( $\text{CH}_3\text{OH}$ , Merck 99,8%), trietilamin (TEA) ( $\text{C}_6\text{H}_{15}\text{N}$ , Merck Pro Analysis 99,8%) dan Aquades.

### 3.2 Prosedur

#### 3.2.1 Sintesis ZIF-8 dalam pelarut *N,N*-dimetilformamida.

Sintesis ZIF-8 merupakan penggabungan metode solvotermal dalam pelarut DMF seperti yang dilakukan oleh Nadifah., (2013) dan Firmany., (2017) dengan perbandingan mol  $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$  : MeIm adalah 1:2. Sintesis ZIF-8 diawali dengan melarutkan 2,35 gram (0,009 mol)  $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$  dan 1,48 gram (0,018 mol) larutan *2-methylimidazole* dilarutkan dalam 40 mL *N,N*-dimetilformamida. Selanjutnya, larutan seng nitrat direaksikan dengan larutan *2-methylimidazole* di dalam botol duran tertutup dan diaduk dengan *magnetic stirrer* selama 30 menit hingga homogen. Setelah itu, larutan dipanaskan dalam

keadaan tertutup rapat pada suhu 120°C selama 24 jam. Campuran yang terbentuk didinginkan hingga mencapai temperatur kamar. Endapan yang terbentuk dicuci dengan 20 mL metanol (MeOH) sebanyak tiga kali dengan pelarutnya diganti tiap harinya. Padatan yang diperoleh dipanaskan dalam suhu 70°C selama 2 jam hingga kering. Kemudian, dilakukan karakterisasi hasil sintesis. Sampel yang terbentuk kemudian dikarakterisasi XRD, FTIR dan SEM-EDX.

### 3.2.2 Sintesis ZIF-8 dalam pelarut Metanol

Sintesis ZIF-8 merupakan penggabungan metode solvothermal dalam pelarut metanol dan penambahan trietilamin seperti yang dilakukan oleh Bao dkk., (2013) dan Pratiwi., (2015) dengan perbandingan mol  $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$  : MeIm : TEA adalah 1:4:4. Sintesis ZIF-8 diawali dengan melarutkan 1,47 gram (0,0056 mol)  $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$  dalam 22,5 mL metanol. Sedangkan larutan *2-methylimidazole* dibuat dengan mencampurkan 1,83 gram (0,0224 mol) MeIm dan 2,45 mL TEA dalam 22,5 mL metanol. Selanjutnya, kedua larutan direaksikan dalam botol duran tertutup dan diaduk dengan *magnetic stirrer* selama 30 menit hingga homogen. Kemudian, larutan dipanaskan dalam keadaan tertutup rapat pada suhu 70°C dalam waktu 24 jam. Campuran yang terbentuk didinginkan hingga mencapai temperatur kamar. Endapan yang terbentuk dicuci dengan 20 mL metanol (MeOH) dan didiamkan selama 24 jam dengan pelarutnya diganti tiap harinya. Padatan yang diperoleh dipanaskan dalam suhu 60°C selama 3 jam. Sampel yang terbentuk kemudian dikarakterisasi XRD, FTIR dan SEM-EDX.

### 3.2.3 Sintesis ZIF-8 dalam pelarut Aquades

Sintesis ZIF-8 merupakan penggabungan metode hidrotermal dalam pelarut aquades dan penambahan trietilamin (TEA) seperti yang dilakukan oleh Alifah., (2015) dan Hikmawansyah., (2015) dengan perbandingan mol  $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$  : MeIm : TEA adalah 1:4:4. Sintesis ZIF-8 diawali dengan melarutkan 1,83 gram

(0,0070 mol)  $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$  dalam 4,5 mL  $\text{H}_2\text{O}$ . Sedangkan larutan *2-methylimidazole* dibuat dengan mencampurkan 2,29 gram (0,028 mol) MeIm dalam 4,5 mL  $\text{H}_2\text{O}$  dan 4,8 mL TEA. Kemudian, kedua larutan dicampurkan dalam botol duran tertutup dan diaduk dengan *magnetic stirrer* selama 1 jam hingga homogen. Selanjutnya, campuran didiamkan selama 24 jam. Endapan yang terbentuk dicuci dan didekantasi dengan 30 mL metanol sebanyak 2 kali hingga  $\text{pH} = 7$ . Padatan yang diperoleh dipanaskan dalam suhu  $105^\circ\text{C}$  selama 6 jam. Sampel yang terbentuk kemudian dikarakterisasi XRD, FTIR dan SEM-EDX.

### 3.3 Karakterisasi Hasil Sintesis ZIF-8

#### 3.3.1 X-Ray Diffraction (XRD)

Karakterisasi menggunakan XRD untuk mengetahui kristalinitas dan struktur kristal XRD. Pola hamburan difraksi dengan difraktometer X-Ray menggunakan radiasi  $\text{Cu K}\alpha$  ( $\lambda = 1.5406\text{\AA}$ ) dengan percepatan tegangan dan arus berturut-turut pada 40 kV dan 30 mA. Analisis dilakukan pada sudut  $2\theta$  antara  $5\text{-}50^\circ$  dengan interval scan  $0,020^\circ/\text{detik}$ . Hasil karakterisasi berupa data (kurva) antara intensitas puncak difraksi sampel dan sudut  $2\theta$ . Data yang diperoleh berupa harga  $2\theta$ ,  $d$  spacing dan intensitas puncak difraksi. Data tersebut kemudian dicocokkan sesuai dengan referensi (Nguyen dkk., 2012).

#### 3.3.2 Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FTIR)

Analisa keberadaan jenis gugus fungsi pada material ZIF-8 dilakukan dengan instrumen FTIR. Sebelum dikarakterisasi, padatan material hasil sintesis dicampur dalam KBr dengan perbandingan 1:99. Campuran sampel dan KBr ditumbuk dengan mortar hingga halus dan tercampur secara merata. Campuran yang telah digerus diletakkan pada cetakan pelet dan ditekan dengan penekan hidrolik sehingga terbentuk pelet. Pelet yang terbentuk diletakkan dalam holder dan dikarakterisasi dengan

spektrofotometer FTIR pada bilangan gelombang  $4000-400\text{ cm}^{-1}$  (Zhang dkk., 2011).

### **3.3.3 Scanning Electron Microscope-Energy Dispersive X-Ray (SEM-EDX)**

SEM-EDX digunakan untuk mengetahui morfologi, ukuran partikel dan persebaran unsurnya. Dilakukan preparasi material terlebih dahulu dengan meletakkan sedikit sampel pada permukaan sampel holder yang ditempeli *copper tape*. Selanjutnya, dilakukan *coating* berlapis emas agar permukaan sampel menjadi konduktif. Sampel yang sudah *dicoating* dimasukkan dalam spesimen *chamber* untuk dilakukan pemotretan menggunakan SEM-EDX (Jian dkk., 2015).

## BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN

Sintesis material ZIF-8 menggunakan metode solvotermal dalam beberapa pelarut yang berbeda. Pernah dilakukan penelitian untuk mengetahui perbedaan karakteristik material ZIF-8 berdasarkan media pelarutnya. Pelarut yang digunakan, meliputi: *N,N*-dimetilformamida, metanol dan aquades. Parameter penelitian ini yaitu perbandingan rasio logam serta suhu yang digunakan dalam sintesis. Sintesis ZIF-8 dalam pelarut *N,N*-dimetilformamida dilakukan dengan perbandingan rasio mol  $\text{Zn}(\text{NO})_3 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$  : MeIm (*2-methylimidazole*) adalah 1:2, sedangkan dalam pelarut metanol menggunakan variasi rasio mol  $\text{Zn}(\text{NO})_3 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$  : MeIm : TEA adalah 1:4:4, kemudian dalam pelarut aquades menggunakan perbandingan rasio mol  $\text{Zn}(\text{NO})_3 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$  : MeIm : TEA adalah 1:4:4. Dalam pelarut DMF tidak membutuhkan modulator TEA karena kemampuan mengkoordinasi kation lebih tinggi daripada pelarut metanol dan aquades.

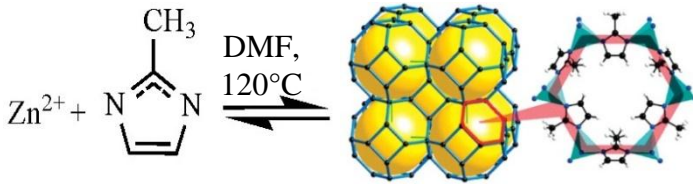
Padatan hasil sintesis ZIF-8 dari berbagai variasi pelarut dikarakterisasi dengan XRD (*X-Ray Diffraction*), FTIR (*Fourier Transform Infrared Spectroscopy*), dan SEM-EDX (*Scanning Electron Microscope-Energy Dispersive X-Ray*).

### **4.1 Sintesis ZIF-8 dalam pelarut *N,N*-dimetilformamida.**

Sintesis ZIF-8, dilakukan dengan mencampurkan prekursor  $\text{Zn}(\text{NO})_3 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$  dan *2-methylimidazole* sebagai ligan organik dalam pelarut DMF (dimetilformamida), dilakukan dengan perbandingan rasio mmol  $\text{Zn}(\text{NO})_3 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$  : MeIm adalah 1:2 menggunakan metode solvotermal berdasarkan penelitian Nadifah., (2015) dan Firmany., (2017). Metode solvotermal dilakukan dalam suhu 120°C untuk mendapatkan hasil sintesis yang baik, sesuai dengan penelitian yang dilakukan oleh Lai dkk.,



(2016). Berdasarkan proses pembentukannya, material ZIF-8 dibentuk antara logam  $Zn^{2+}$  dengan ligan *2-methylimidazole* (MeIm) dalam pelarut DMF menjadi kristal yang berbentuk geometri kubus yang merupakan bentuk *single crystal* ZIF-8 (Bux dkk., 2009). Seperti yang ditunjukkan pada Gambar 4.1 dan Tabel 4.1.



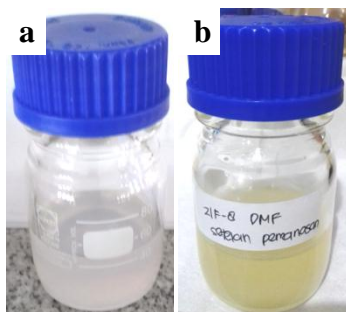
Gambar 4.1 Reaksi pembentukan ZIF-8 (Bux dkk., 2009).

Tabel 4.1 Karakteristik ZIF-8 yang dianalisa menggunakan *single crystal* (Pratiwi., 2015)

ZIF-n	Diameter Celah Pori (Å)		Diameter Pori (Å)	Luas Permukaan m <sup>2</sup> /g	Volume pori cm <sup>3</sup> /g
	Cincin-8	Cincin-6			
ZIF-8	-	3,4	11,6	1,947	0,663

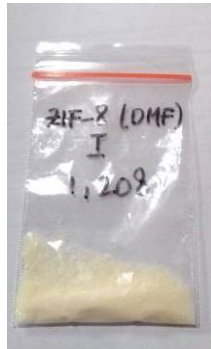
Sintesis ZIF-8 diawali dengan mencampurkan 2,35 gram (0,009 mol)  $Zn(NO_3)_2 \cdot 4H_2O$  dan 1,48 gram (0,018 mol) larutan *2-methylimidazole* dilarutkan dalam 40 ml *N,N*-dimetilformamida. Kedua larutan direaksikan dalam botol duran tertutup dan diaduk dengan *magnetic stirrer* selama 30 menit dan terbentuk larutan berwarna putih bening. Seperti yang diperlihatkan pada Gambar 4.2.a. Selanjutnya, larutan dipanaskan pada suhu 120°C selama 24 jam, terbentuk padatan ZIF-8 DMF berwarna kuning muda dan filtratnya berwarna kuning tua. Warna kuning terbentuk karena suhu dan waktu yang

digunakan dalam pemanasan sangat tinggi dan lama sehingga mempengaruhi bentuk dan warna dari larutan. Pemanasan dilakukan pada suhu 120°C dikarenakan titik didih dan suhu optimum DMF pada suhu 120°C dan untuk mendapatkan kristalinitas yang tinggi. Waktu pemanasan selama 24 jam dipilih karena waktu optimum dalam sintesis pada 24 jam (Phan dkk., 2009). Seperti yang ditunjukkan pada Gambar 4.2.b.

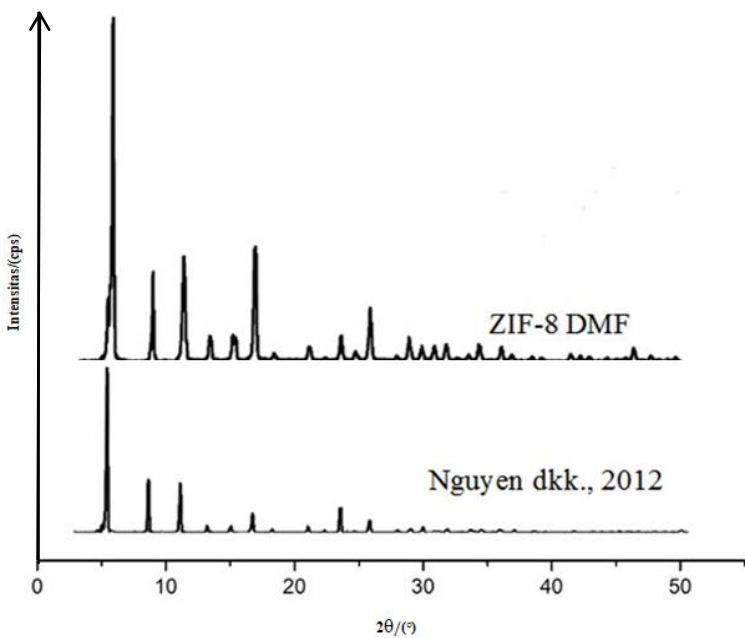


Gambar 4.2 a) Campuran dari  $(\text{Zn}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O})$  dan *2-methylimidazole* setelah diaduk menggunakan *magnetic stirrer* selama 30 menit (putih). b) ZIF-8 dalam pelarut DMF setelah dipanaskan (kuning muda).

Campuran didiamkan selama 24 jam dalam suhu kamar selanjutnya dicuci dengan 20 mL metanol sebanyak 3 kali untuk menghilangkan sisa pelarut yang tertinggal pada endapan. Proses pengambilan filtrat dari pemanasan dilakukan dengan dekantasi agar memudahkan dalam pengambilan filtrat. Endapan didiamkan dalam lemari asam untuk menghilangkan sisa metanol sehingga terbentuk padatan berwarna kuning muda seperti pada Gambar 4.3.



Gambar 4.3 Padatan ZIF-8 hasil sintesis dalam pelarut DMF.

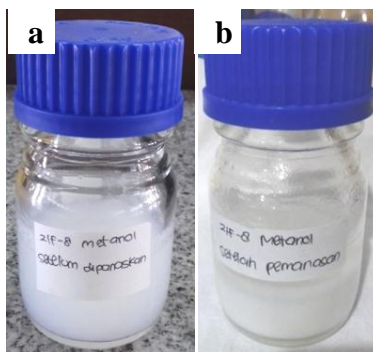


Gambar 4.4 Difraktogram ZIF-8 dalam pelarut DMF dan referensi (Nguyen dkk., 2012).

Material ZIF-8 hasil sintesis dalam pelarut DMF tersebut dibandingkan dengan penelitian Nguyen dkk., (2012). Difraktogram ZIF-8 DMF, muncul puncak-puncak karakteristik  $2\theta = 7,23^\circ; 10,23^\circ; 12,74^\circ; 16,44^\circ; 18,05^\circ$  yang sesuai dengan penelitian (Nguyen dkk., 2012) bahwa telah terbentuk struktur ZIF-8 DMF.

#### 4.2 Sintesis ZIF-8 dalam pelarut Metanol.

Pada penelitian ini, dilakukan dengan mencampurkan prekursor  $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$  dan *2-methylimidazole* sebagai ligan organik dalam sintesis ZIF-8 menggunakan pelarut metanol yang dilakukan dengan perbandingan rasio mol  $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ : MeIm: TEA adalah 1:4:4 menggunakan metode solvotermal. Metode solvotermal dilakukan dalam suhu  $120^\circ\text{C}$  untuk mendapatkan hasil sintesis yang baik, sesuai dengan penelitian yang dilakukan oleh Lai dkk., (2016). Penggunaan TEA dalam penelitian untuk membantu mendeprotonasi ligan *2-methylimidazole* sesuai dengan yang dilaporkan oleh Nordin dkk., (2014).



Gambar 4.5 a) Campuran dari  $(\text{Zn}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O})$  dan *2-methylimidazole* setelah diaduk menggunakan *magnetic stirrer* (putih bening). b) ZIF-8 dalam pelarut metanol setelah dipanaskan (putih keruh).

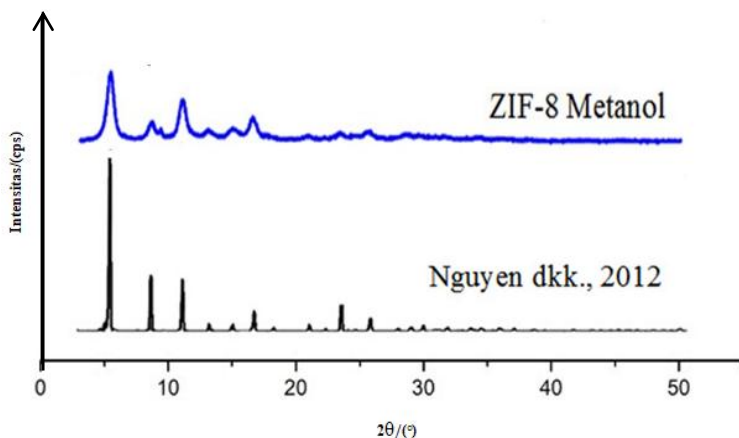
Sintesis ZIF-8 diawali dengan mencampurkan 1,47 gram (0,0056 mol)  $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$  dalam 22,5 mL metanol. Sedangkan larutan *2-methylimidazole* dibuat dengan mencampurkan 1,83 gram (0,0224 mol) MeIm dan 2,45 mL TEA dalam 22,5 mL metanol. Penambahan modulator TEA ke dalam larutan akan membantu deprotonasi ligan organik dalam kerangka kerja logam organik dan dapat membantu dalam pembentukan kristalinitas ZIF-8 (Gross dkk., 2012).

Seperti yang ditunjukkan pada Gambar 4.5.a. Selanjutnya campuran dipanaskan dalam oven pada suhu  $70^\circ\text{C}$  selama 24 jam terbentuk endapan berwarna putih dan filtratnya berwarna bening seperti yang ditunjukkan pada Gambar 4.5.b.

Campuran didiamkan selama 24 jam dalam suhu kamar dan dicuci dengan 20 mL metanol sebanyak 3 kali untuk menghilangkan sisa pelarut yang tertinggal pada endapan. Proses pengambilan filtrat dari pemanasan dengan dekantasi agar memudahkan dalam mengambil filtrat. Kemudian endapan didiamkan dalam lemari asam untuk menghilangkan sisa dari pelarut metanol sehingga terbentuk padatan berwarna putih seperti pada Gambar 4.6.



Gambar 4.6 Padatan ZIF-8 hasil sintesis dalam pelarut metanol.



Gambar 4.7 Difraktogram ZIF-8 dalam pelarut metanol dan referensi (Nguyen dkk., 2012).

Material ZIF-8 hasil sintesis dalam pelarut metanol tersebut, dibandingkan dengan penelitian Nguyen dkk., (2012). Difraktogram ZIF-8 DMF, muncul puncak-puncak karakteristik  $2\theta = 7,29^\circ; 10,25^\circ; 12,69^\circ; 16,36^\circ; 18,95^\circ$  yang sesuai dengan penelitian (Nguyen dkk., 2012) bahwa telah terbentuk struktur ZIF-8 metanol.

### 4.3 Sintesis ZIF-8 dalam pelarut Aquades.

Pada penelitian ini, dilakukan dengan mencampurkan prekursor  $\text{Zn}(\text{NO})_3 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$  dan *2-methylimidazole* sebagai ligan organik dalam sintesis ZIF-8 menggunakan pelarut aquades yang dilakukan dengan perbandingan rasio mmol  $\text{Zn}(\text{NO})_3 \cdot 4\text{H}_2\text{O} : \text{MeIm} : \text{TEA}$  adalah 1:4:4 menggunakan metode hidrotermal. Metode hidrotermal dilakukan dalam suhu  $105^\circ\text{C}$  dipilih untuk mendapatkan hasil sintesis yang baik sesuai dengan penelitian yang dilakukan oleh Alifah., (2015) dan Hikmawansyah., (2015). Penggunaan TEA dalam penelitian untuk membantu

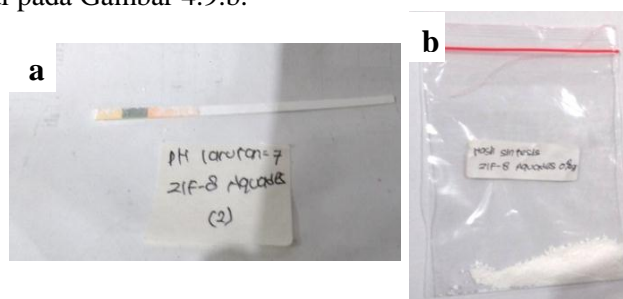
mendeprotonasi ligan *2-methylimidazole* sesuai dengan yang dilaporkan oleh Nordin dkk., (2014).

Sintesis ZIF-8 diawali dengan mencampurkan 1,83 gram (0,0070 mol)  $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$  dalam 4,5 mL  $\text{H}_2\text{O}$ . Secara bersamaan dilarutkan pula 2,29 gram (0,028 mol) MeIm dalam 4,5 mL  $\text{H}_2\text{O}$  dan 4,8 mL TEA . Penambahan modulator TEA ke dalam larutan akan membantu deprotonasi ligan organik dalam kerangka kerja logam organik dan dapat membantu dalam pembentukan kristalinitas ZIF-8 (Gross dkk., 2012). Penggunaan suhu kamar dalam sintesis, sesuai dengan penelitian yang dilakukan oleh Cravilon dkk., (2009). Kedua larutan direaksikan dalam botol duran tertutup dan diaduk dengan *magnetic stirrer* selama 1 jam terbentuk larutan ZIF-8 Aquades berwarna putih. Seperti yang pada Gambar 4.8.a. Selanjutnya, campuran didiamkan selama 24 jam dan didapatkan pH larutan = 10 seperti yang ditunjukkan pada Gambar 4.8.b dan 4.8.c.

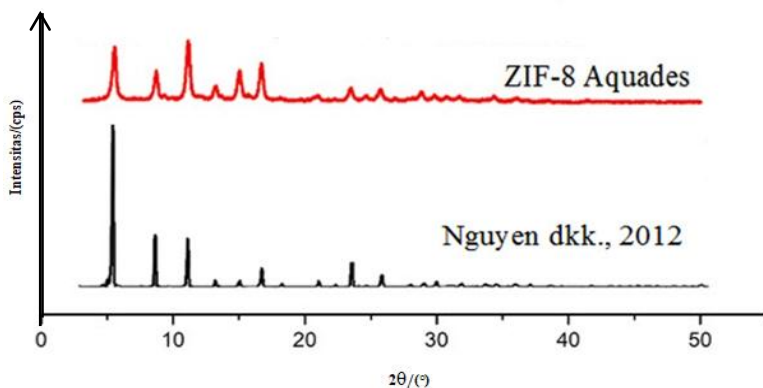


Gambar 4.8 a) Campuran dari  $(\text{Zn}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O})$  dan *2-methylimidazole* setelah diaduk dengan *magnetic stirrer* (putih keruh). b) ZIF-8 setelah diukur pH dan didekantasi (putih bening). c) pH ZIF-8 Aquades = 10 sebelum dicuci dengan metanol.

Kemudian campuran dicuci dengan 30 mL metanol sebanyak 2 kali untuk menghilangkan sisa pelarut yang tertinggal pada endapan. Pengambilan filtrat dari pemanasan dilakukan dengan dekantasi karena untuk memudahkan mengambil filtrat. Kemudian dicuci dengan metanol dan diuji menggunakan kertas pH dan didapatkan pH larutan = 7 seperti yang ditunjukkan pada Gambar 4.9.a. Selanjutnya endapan dipanaskan dalam suhu  $105^{\circ}\text{C}$  selama 6 jam hingga terbentuk padatan berwarna putih seperti pada Gambar 4.9.b.



Gambar 4.9 a) pH ZIF-8 Aquades = 7 setelah dicuci dengan metanol. b) Padatan ZIF-8 hasil sintesis dalam pelarut aquades.



Gambar 4.10 Difraktogram ZIF-8 dalam pelarut aquades dan referensi (Nguyen dkk., 2012).



Material ZIF-8 hasil sintesis dalam pelarut aquades tersebut, dibandingkan dengan penelitian Nguyen dkk., (2012). Difraktogram ZIF-8 DMF, muncul puncak-puncak karakteristik  $2\theta = 7,26^\circ; 10,30^\circ; 12,63^\circ; 16,33^\circ; 17,96^\circ$  yang sesuai dengan penelitian (Nguyen dkk., 2012) bahwa telah terbentuk struktur ZIF-8 aquades.

Berdasarkan massa padatan ZIF-8 hasil sintesis dalam beberapa pelarut didapatkan massa yang bermacam-macam. Seperti yang ditunjukkan pada Tabel 4.2.

Tabel 4.2 Massa padatan ZIF-8 hasil sintesis dalam beberapa pelarut.

No.	Pelarut	Massa (gram)	Rendemen (%)
1.	DMF	1,20	31,33
2.	Metanol	0,55	20,92
3.	Aquades	0,80	41,88

Berdasarkan Tabel 4.2 ZIF-8 hasil sintesis memiliki massa padatan paling sedikit adalah dalam pelarut metanol sebesar 0,55 gram. Disebabkan titik didih metanol lebih rendah daripada titik didih aquades yaitu  $65^\circ\text{C}$  sedangkan titik aquades  $100^\circ\text{C}$ , serta penambahan modulator TEA ke dalam larutan yang belum terdeprotonasi secara keseluruhan dengan ligan *2-methylimidazole* dalam sintesis, sehingga dapat mempengaruhi pembentukan kristalinitas dalam larutan. Penambahan modulator TEA ke dalam larutan sangat reaktif dalam pelarut aquades dibandingkan dalam pelarut metanol seperti yang dilaporkan oleh Gross dkk., (2012). Penambahan modulator TEA dalam sintesis sangat membantu mendeprotonasi prekursor kation logam  $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$  dengan ligan *2-methylimidazole*, sehingga dalam pelarut DMF memiliki massa hasil sintesis sangat banyak dan kristalinitas lebih teratur, dikarenakan DMF memiliki titik didih yang lebih tinggi yaitu  $120^\circ\text{C}$  seperti yang dilaporkan oleh Phan dkk., (2009).

#### 4.4 Karakterisasi material hasil sintesis

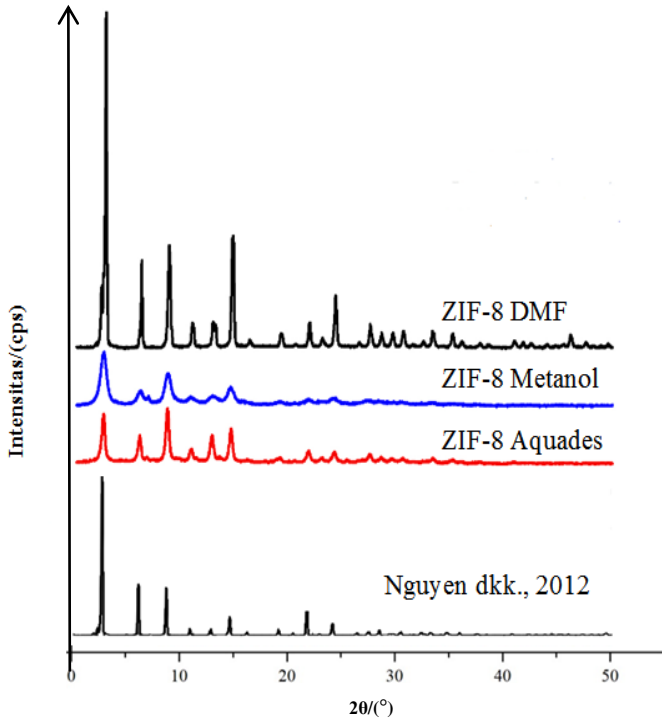
Material ZIF-8 hasil sintesis dari beberapa variasi pelarut dikarakterisasi dengan *diffraktometer X-Ray Diffraction (XRD)*, *Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FTIR)*, dan *Scanning Electron Microscope-Energy Dispersive X-Ray (SEM-EDX)*.

##### 4.4.1 Karakterisasi dengan Difraksi Sinar-X (XRD).

Karakterisasi menggunakan difraksi sinar-X (XRD) bertujuan untuk mengetahui kristalinitas dan struktur kristalnya ZIF-8 hasil sintesis dari beberapa variasi pelarut. Pola difraksi dimonitor pada sudut  $2\theta$  antara  $5-50^\circ$  pada panjang gelombang Cu  $K\alpha$  ( $\lambda = 1,5406 \text{ \AA}$ ) dengan interval scan  $0,020^\circ/\text{detik}$ . Pola difraksi ZIF-8 hasil sintesis dari beberapa pelarut (DMF, metanol dan aquades) sesuai dengan ZIF-8 hasil referensi (Nguyen dkk., 2012).

Difraktogram dari padatan ZIF-8 hasil sintesis dalam beberapa pelarut menggunakan karakterisasi XRD dibandingkan dengan standar difraktogram hasil referensi Nguyen dkk., (2012). Berdasarkan hasil difraktogram dalam beberapa pelarut, didapatkan intensitas yang sangat tinggi dalam pelarut DMF, disebabkan penggunaan pelarut DMF yang membantu mendeprotonasi ligan *2-methylimidazole*, sehingga menghasilkan kristal yang lebih seragam seperti yang dilaporkan oleh Bustamante dkk., (2014). Berbeda dengan penggunaan pelarut metanol dan aquades dengan melakukan penambahan modulator TEA dalam ligan *2-methylimidazole* yang menghasilkan kristal dengan intensitas yang sangat rendah, seperti yang ditunjukkan pada Gambar 4.11.

Pada difraktogram sampel hasil sintesis, dalam variasi pelarut (DMF, metanol dan aquades) menunjukkan puncak-puncak karakteristik utama dari kristal ZIF-8 pada sudut  $2\theta$ :  $7,23^\circ$ ;  $10,23^\circ$ ;  $12,74^\circ$ ;  $16,44^\circ$ ;  $18,05^\circ$ . Hasil difraktogram didapatkan intensitas dalam pelarut DMF memiliki kristalinitas



Gambar 4.11 Difraktogram padatan ZIF-8 hasil sintesis dalam beberapa pelarut dan ZIF-8 hasil referensi (Nguyen dkk., 2012).

lebih tinggi dibandingkan kedua pelarut, DMF memiliki kristalinitas lebih tinggi dibandingkan kedua pelarut, dikarenakan penggunaan pelarut DMF dalam larutan menghasilkan padatan yang semakin kristalin dan dapat digunakan sebagai standar (Nguyen dkk., 2012). Dalam pelarut aquades pada puncak khas  $2\theta: 30^\circ-35^\circ$  memiliki intensitas lebih tinggi dari pelarut metanol dipengaruhi oleh banyaknya penambahan modulator TEA dalam larutan, (Gross dkk., 2012). Seperti yang ditunjukkan pada Tabel 4.3.

Tabel 4.3 Nilai  $2\theta$  puncak difraktogram material ZIF-8 hasil sintesis dengan referensi Nguyen dkk., (2012).

Nilai $2\theta$ ( $^{\circ}$ )			
Referensi (Nguyen dkk., 2012)	ZIF-8 DMF	ZIF-8 Metanol	ZIF-8 Aquadess
7,29	7,23	7,29	7,26
10,32	10,23	10,25	10,30
12,65	12,74	12,69	12,63
16,50	16,44	16,36	16,33
18,01	18,05	18,95	17,96

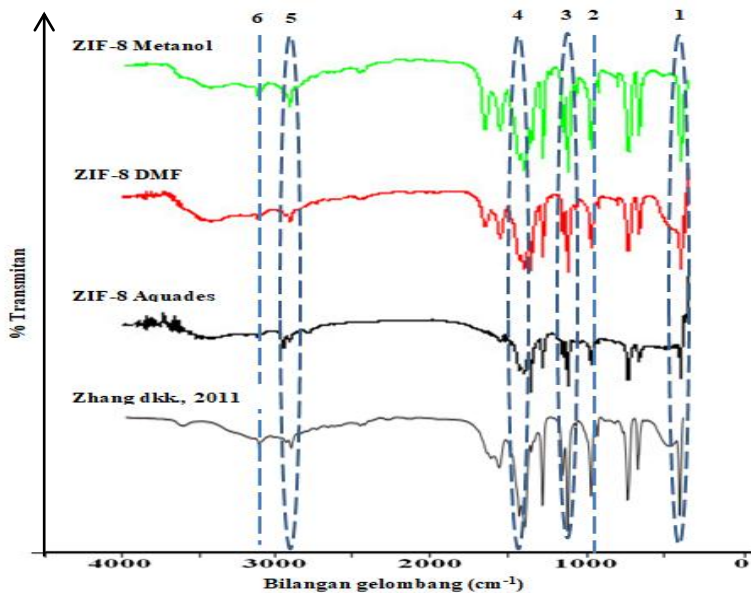
Pada Tabel 4.3 difraktogram dari beberapa pelarut (DMF, metanol dan aquades) memiliki puncak khas  $2\theta$  yang bervariasi sehingga menghasilkan kristalinitas yang berbeda-beda. Hal ini dipengaruhi oleh banyaknya jumlah prekursor  $Zn(NO_3)_2 \cdot 4H_2O$  dan *2-methylimidazole* maupun jenis pelarut yang digunakan.

Berdasarkan intensitas dalam beberapa pelarut, diperoleh bentuk kristalinitas yang berbeda-beda. Seperti pada puncak khas  $2\theta$  sekitar  $7,2^{\circ}$  didapatkan hasil perhitungan kristalinitas relatif ZIF-8 ditunjukkan pada lampiran C, yaitu pada puncak khas  $2\theta = 7,23^{\circ}$  dan memiliki derajat kristalinitas = 100% pada padatan ZIF-8 DMF yang dapat digunakan sebagai standar dalam perhitungan persentase kristalinitas relatif yang didasarkan pada penelitian Venna dkk. (2010), yaitu membagi luas total daerah dibawah kurva dengan total luas sampel. Berdasarkan Tabel 4.3 padatan ZIF-8 dalam pelarut metanol mengalami penurunan derajat kristalinitas yaitu 14,13%. Namun, pada padatan ZIF-8 dalam pelarut aquades mengalami peningkatan derajat kristalinitas yaitu 85,87%. Penurunan derajat kristalinitas dalam pelarut DMF ke pelarut metanol dipengaruhi oleh bentuk kristal ZIF-8 hasil sintesis, penambahan modulator trietilamin (TEA) dan massa padatan. Seperti yang ditunjukkan pada Tabel 4.4.

Tabel 4.4 Kristalinitas relatif ZIF-8 hasil sintesis dalam beberapa pelarut (DMF, metanol dan aquades).

Sampel	Nilai Bilangan Gelombang ( $\text{cm}^{-1}$ )			Derajat Kristalinitas (%)
	Puncak 1	Puncak 2	Puncak 3	
ZIF-8 DMF	4046,04	638,49	1360,31	100
ZIF-8 Metanol	2801,00	643,28	418,18	14,13
ZIF-8 Aquades	2572,86	1278,12	1339,93	85,87

#### 4.4.2 Karakterisasi dengan Spektroskopi Inframerah



Gambar 4.12 Spektra IR sampel ZIF-8 dari beberapa pelarut (DMF, metanol dan aquades) dan ZIF-8 hasil referensi Zhang dkk., (2011).

Uji Karakterisasi FTIR digunakan untuk mengetahui gugus fungsi dari suatu molekul. Karakterisasi FTIR didasarkan oleh penyerapan sinar inframerah suatu molekul tertentu. Analisa FTIR dengan pelet menggunakan padatan KBr. Hasil dari spektra diukur pada panjang gelombang 4000-400  $\text{cm}^{-1}$ . Puncak karakteristik dari spektra IR dapat ditunjukkan oleh Gambar 4.9.

Gambar 4.12 spektra IR dari padatan ZIF-8 menunjukkan adanya 6 puncak serapan utama. Seperti yang ditunjukkan pada Tabel 4.4 bahwa pada (puncak 1) memiliki pita serapan yang tajam pada bilangan gelombang 420  $\text{cm}^{-1}$  adalah vibrasi ulur Zn-N menunjukkan telah terbentuknya ikatan antara Zn dengan N pada ligan *2-methylimidazole*.

Pada (puncak 2) pada bilangan gelombang 993 dan 995  $\text{cm}^{-1}$  adalah vibrasi tekuk C-N. Sedangkan pada (puncak 3) dalam pelarut DMF dan metanol pada bilangan gelombang 1421  $\text{cm}^{-1}$  adalah vibrasi ulur C-N. Pita serapan pada (puncak 4) dalam pelarut DMF dan metanol pada bilangan gelombang 1545-1581  $\text{cm}^{-1}$  adalah vibrasi tekuk C=N pada ligan imidazol.

Tabel 4.5 Spektra FTIR pada sampel ZIF-8 dibandingkan dengan perbandingan spektra material hasil sintesis dengan spektra referensi (Zhang dkk., 2011; Beh dkk., 2018)

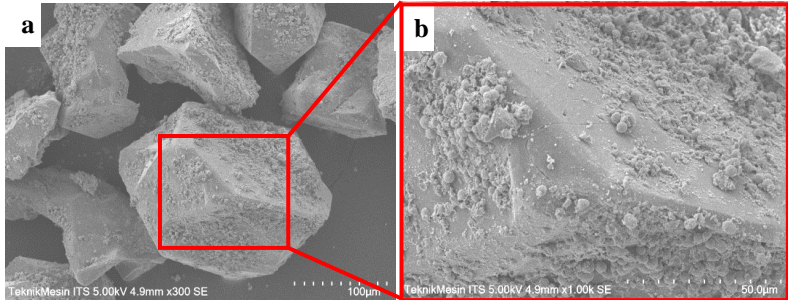
No.	Nilai Bilangan Gelombang ( $\text{cm}^{-1}$ )				Keterangan
	Zhang dkk., 2011; Beh dkk., 2018	ZIF-8 (DMF)	ZIF-8 (Metanol)	ZIF-8 (Aquadess)	
1.	421	420	420	422	Vibrasi ulur Zn-N
2	995	995	993	995	Vibrasi ulur C-N
	1422	1421	1421	1425	Vibrasi tekuk C-N
3.	1584	1579	1545	1581	Vibrasi tekuk C=N
4.	2930	2928	2928	2929	Vibrasi ulur C-H $\text{sp}^3$
5.	3130	3134	3134	3134	Vibrasi ulur C-H $\text{sp}^2$

Pada puncak (5) pada pita serapan  $2930\text{ cm}^{-1}$  adalah vibrasi ulur C-H alifatik  $\text{sp}^3$ . Sedangkan pada puncak (6) dan pada pita serapan  $3134\text{ cm}^{-1}$  adalah vibrasi ulur alifatik C-H  $\text{sp}^2$ . Seperti yang ditunjukkan pada Tabel 4.5.

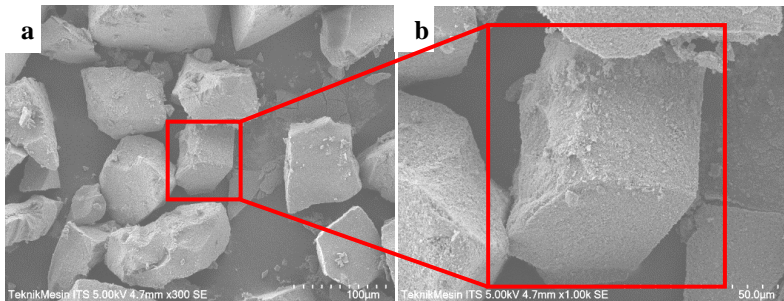
#### **4.4.3 Karakterisasi dengan *Scanning Electron Microscope Energy Dispersive X-Ray* (SEM-EDX).**

Karakterisasi dengan *Scanning Electron Microscope-Energy Dispersive X-Ray* (SEM-EDX) bertujuan untuk menentukan morfologi permukaan dan persebaran unsur penyusun dari kristal ZIF-8 hasil sintesis dalam beberapa pelarut dan untuk mengetahui adanya unsur penyusun ZIF-8 yaitu Zn, C, N dan O yang merupakan unsur penyusun ZIF-8. Bentuk morfologi permukaan dalam beberapa pelarut, yaitu: DMF, metanol dan aquades memiliki perbedaan masing-masing perlakuan. Seperti yang ditunjukkan pada Gambar 4.13-4.15 dengan perbesaran 300x dan 1000x.

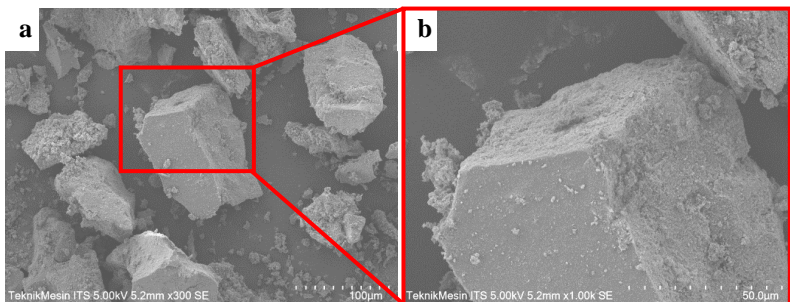
ZIF-8 hasil sintesis dalam beberapa pelarut memiliki struktur yang berbentuk seperti geometri kubus dengan bentuk karakteristik yang bermacam-macam. Hal ini sesuai dengan penelitian yang dilaporkan oleh (Jian dkk., 2015) mengindikasikan terbentuknya ikatan kation logam  $\text{Zn}^{2+}$  dengan ligan *2-methylimidazole* (MeIm) yang membentuk ikatan jembatan secara tetrahedral. Hasil mikrograf SEM ZIF-8 hasil sintesis dalam beberapa pelarut sangat berhubungan dengan difraktogram XRD ZIF-8 hasil sintesis dalam beberapa pelarut yaitu semakin tinggi intensitas suatu puncak, maka kristal yang terbentuk semakin kristalin. Banyaknya pori yang menempel pada morfologi ZIF-8 dipengaruhi oleh perbedaan perlakuan sintesis setiap pelarut.



Gambar 4.13 ZIF-8 DMF (a) perbesaran 300x dan (b) perbesaran 1000x.



Gambar 4.14 ZIF-8 Metanol a) perbesaran 300x dan (b) perbesaran 1000x.



Gambar 4.15 ZIF-8 Aquades (a) perbesaran 300x dan (b) perbesaran 1000x.



Gambar 4.13 karakterisasi SEM ZIF-8 dalam beberapa pelarut sesuai dengan yang dilaporkan oleh (Ordonez dkk., 2010) struktur morfologi ZIF-8 hasil sintesis saling tumpang dengan morfologi lainnya. Seperti dalam pelarut DMF, didapatkan morfologi berbentuk geometri kubus dan banyak pori yang menempel. Pori-pori yang menempel pada padatan hasil sintesis, menandakan bahwa telah terjadi pembentukan logam  $Zn^{2+}$  dengan ligan *2-methylimidazole* sehingga kandungan unsur Zn, N, C dan O yang dihasilkan lebih banyak. Pecahan morfologi ZIF-8 disebabkan oleh terbentuknya senyawa lain dikarenakan pemakaian suhu dan waktu dalam pemanasan sangat tinggi yaitu pada suhu  $120^{\circ}C$  selama 24 jam. Sedangkan pada Gambar 4.14 karakterisasi SEM ZIF-8 dalam pelarut metanol didapatkan morfologi berbentuk geometri kubus dan pori-pori yang menempel pada padatan sangat sedikit. Pori-pori yang menempel pada padatan sangat sedikit dipengaruhi oleh penambahan modulator TEA (triethylamin) pada pembentukan ligan *2-methylimidazole* sehingga kandungan unsur Zn, N, C dan O yang dihasilkan lebih sedikit. Pada Gambar 4.15 karakterisasi SEM ZIF-8 dalam pelarut aquades didapatkan struktur morfologi pecah dibagian ujung bawah dan terdapat lubang di bagian atas dari morfologi. Menandakan telah terjadi pembentukan kation logam  $Zn^{2+}$  dengan ligan *2-methylimidazole*. Hal ini dipengaruhi, oleh terlalu banyak melakukan penambahan TEA dalam ligan *2-methylimidazole* yang mempengaruhi jumlah unsur Zn, N, C dan O.

Selanjutnya, kristal ZIF-8 dianalisis dengan karakterisasi EDX untuk mengetahui kadar unsur (Zn, N, C dan O) dengan dilakukan penembakan pada titik atau spot, seperti pada Tabel 4.6, yang menghasilkan keluaran dalam bentuk persentase unsur. Unsur yang terdeteksi menggunakan analisis EDX ini adalah seng (Zn), nitrogen (N), karbon C, dan oksigen (O). Pada kristal ZIF-8 dalam pelarut DMF, komposisi penyusun Zn, N, C dan O masing-masing adalah 54,25; 21,10; 14,79; 9,86%. Sedangkan kristal ZIF-8 dalam pelarut metanol, komposisi penyusun Zn, N, C dan

O masing-masing adalah 65,67; 16,33; 12,00; 6,10%. Kemudian kristal ZIF-8 dalam pelarut aquades, komposisi penyusun Zn, N, C dan O masing-masing adalah 38,53; 35,02; 18,94; 7,50%. Seperti yang ditunjukkan pada Tabel 4.6.

Tabel 4.6 Hasil EDX ZIF-8 dalam pelarut DMF, Metanol dan Aquades.

Unsur	Hasil EDX ZIF-8		
	DMF	Metanol	Aquades
	Berat (%)		
Zn	54,25	65,57	38,53
N	21,10	16,33	35,02
C	14,79	12,00	18,94
O	9,86	6,10	7,50

Berdasarkan Tabel 4.6 karakterisasi EDX menunjukkan unsur pembentuk senyawa Zn, N, C dan O yang memiliki jumlah unsur senyawa O tertinggi adalah 9,86% yaitu ZIF-8 dalam pelarut DMF. Sedangkan jumlah unsur senyawa Zn adalah 65,67% yaitu ZIF-8 dalam pelarut metanol. Kemudian jumlah unsur senyawa N dan C tertinggi adalah 35,02% dan 18,94% yaitu ZIF-8 dalam pelarut aquades. Hal ini dikarenakan, penggunaan pelarut DMF dalam sintesis lebih banyak terikat oksigen (O) ke dalam padatan hasil sintesis. Namun, dalam pelarut metanol lebih banyak terikat logam seng (Zn) ke dalam padatan hasil sintesis, yang disebabkan ikatan kation  $Zn^{2+}$  dalam larutan lebih banyak bereaksi setelah dilakukan penambahan modulator TEA. Akan tetapi, dalam pelarut aquades lebih banyak mengandung nitrogen (N) dan karbon (C) dalam padatan hasil sintesis, dikarenakan penambahan modulator TEA dapat mengakibatkan unsur yang terkandung dalam padatan semakin banyak.

#### 4.5 Hubungan pelarut DMF, Metanol dan Aquades

Dalam pelarut DMF (dimetilformamida) pembentukan material ZIF-8 lebih kristalin, dibandingkan dalam pelarut metanol dan aquades. Hal ini dipengaruhi oleh sifat dari pelarut DMF (dimetilformamida) yang termasuk dalam kelompok pelarut aprotik polar, sedangkan pelarut metanol dan air termasuk dalam kelompok pelarut protik polar. Dilihat dari sifatnya, pelarut DMF memiliki titik didih 153°C dibandingkan metanol dan air memiliki titik didih 65°C, dan 100°C. Kemampuan mengkoordinasi kation dalam pelarut DMF, berada diatas pelarut metanol dan air, sehingga dalam melakukan interaksi antara pelarut dan zat terlarut lebih cepat pelarut DMF dibandingkan kedua pelarut (metanol dan aquades). Oleh karena itu, penggunaan TEA (triethylamin) dalam pelarut DMF tidak diperlukan, namun dalam pelarut metanol dan aquades perlu menggunakan TEA (triethylamin) karena penggunaan TEA dalam kedua pelarut (metanol dan aquades) sangat membantu mendeprotonasi ligan *2-methylimidazole* dan membantu mempercepat interaksi pelarut dan zat terlarut (Cotton dkk., 1989).

## **BAB V**

### **KESIMPULAN DAN SARAN**

#### **5.1 Kesimpulan**

Penelitian ini didapatkan, ZIF-8 berhasil disintesis menggunakan variasi pelarut. Pelarut yang digunakan dalam sintesis, yaitu DMF, metanol dan aquades. Hasil yang diperoleh dikarakterisasi dengan instrument XRD, FTIR dan SEM-EDX. Hasil XRD menunjukkan bahwa ZIF-8 telah terbentuk dan mempunyai puncak yang sama dengan penelitian Nguyen dkk., (2012) yaitu pada  $2\theta = 7,2^\circ; 10,3^\circ; 12,6^\circ; 16,5^\circ; 18,0^\circ$ . Spektra FTIR ZIF-8 dalam beberapa pelarut terbentuk gugus fungsi pada bilangan gelombang  $420\text{ cm}^{-1}$ , hal tersebut menunjukkan adanya ikatan  $\text{Zn}^{2+}$  dengan ligan *2-methylimidazole*. Hasil mikrograf SEM menunjukkan morfologi ZIF-8 dari variasi pelarut menghasilkan bentuk geometri kubus. Pada hasil karakterisasi EDX menunjukkan adanya unsur seng (Zn), nitrogen (N), karbon (C) dan oksigen (O) dalam variasi pelarut.

#### **5.2 Saran**

Saran pada penelitian selanjutnya adalah perlu dilakukan analisa lebih lanjut mengenai fisorpsi untuk mengetahui perbedaan variasi setiap pelarut dan analisa lanjut mengenai ukuran pori, analisa termal dan stabilitas termal untuk setiap material pelarut yang dihasilkan.

***“halaman ini sengaja dikosongkan”***

## DAFTAR PUSTAKA

- Alifah, Miratul. (2015). Sintesis ZIF-8 Dalam Pelarut Air dan Ammonia: Penggunaan Kembali Pelarut. *Skripsi*, Jurusan Kimia FMIPA ITS.
- Anam, C., Sirojudin, Firdausi, K.S. (2007). Analisis Gugus Fungsi Pada Sampel Uji, Bensin dan Spiritus Menggunakan Metode Spektroskopi FTIR. *Jurnal Berkala Fisika*, **10**, 79-85.
- Bao, Q., Lou, Y., Xing, T., Chen, J. (2013). Rapid synthesis of zeolitic imidazolate framework-8 (ZIF-8) in aqueous solutions via microwave irradiation. *Journal of Chemistry Communications*, **37**, 170-173.
- Beh, J. J., Lim, K. J., Ng, E.P., Ooi, S.B. (2018). Synthesis and size control of zeolitic imidazolate framework-8 (ZIF-8): From the perspective of reaction kinetics and thermodynamics of nucleation. *Journal of Materials Chemistry and Physics*, **216**, 393-401.
- Bennett, T. D., Cheetham, A.K. (2014). Amorphous Metal–Organic Frameworks. *Journal Account of Chemical Research*, **47**, 1555-1562.
- Bustamante, E.L., Fernández, J.L., Zamaro, J.M. (2014). Influence of the solvent in the synthesis of zeolitic imidazolate framework-8 (ZIF-8) nanocrystals at room temperature. *Journal of Colloid Interface Science*, **424**, 37-43.
- Bux, H., Liang, F., Li, Y., Cravillon, J., Wiebcke, M. dan Caro, J. (2009). Zeolitic Imidazolate Framework Membrane with Molecular Sieving Properties Zeolitic Imidazolate Framework Membrane with Molecular Sieving Properties. *Journal of American Chemistry Society*, **131**, 16000-16001.

- Cantoni, M. (2014). Introduction to EDX. *MSE-636 Spring*, 1-27.
- Cho, H., Kim J., Kim, S., Ahn W. (2013). High yield 1-L scale synthesis of ZIF-8 via A sonochemical route. *Journal of Microporous and Mesoporous Materials*, **169**, 180-184.
- Cotton, F.A., Wilkinson, G. (1989). *Kimia Anorganik Dasar*. Jakarta: UI Press.
- Cravillon, J., Münzer, S., Lohmeier, S.J., Feldhoff, A., Huber, K., Wiebcke, M. (2009). Rapid Room-Temperature Synthesis and Characterization of Nanocrystals of a Prototypical Zeolitic Imidazolate Framework. *Journal Chemistry of Materials*, **21**, 1410-1412.
- Cravillon, J., Nayuk, R., Springer, S., Feldhoff, A., Huber, K., Wiebcke, M. (2011). Controlling Zeolitic Imidazolate Framework Nano- and Microcrystal Formation: Insight into Crystal Growth by Time-Resolved In Situ Static Formation: Insight into Crystal Growth by Time-Resolved In Situ Static Light Scattering. *Journal of Chemistry Materials*, **23**, 2130-2141.
- Crews, C., Kenny, P. S., Flynn, D. O., & Speller, R. D. (2018). Multivariate calibration of energy-dispersive X-ray diffraction data for predicting the composition of pharmaceutical tablets in packaging. *Journal of Pharmaceutical and Biomedical Analysis*, **151**, 135-224.
- Feng, X., Wu, T. (2016). Synthesis of ZIF-67 and ZIF-8 Crystals Using DMSO (Dimethyl Sulfoxide) as Solvent and Kinetic Transformation Studies. *Journal of Crystal Growth*, **455**, 152-156.
- Feng, Y., Lu, H., Gu, X., Qiu, J., Jia, M., Huang, C., Yao, J. (2017). ZIF-8 derived porous N-doped ZnO with enhanced visible light-driven photocatalytic activity. *Journal Physic and Chemistry of Solids*, **102**, 110-114.

- Firmany, Achmad. Rizal. (2017). Sintesis dan Karakterisasi Zeolitic Imidazolate Framework-8 Pada Pendukung Silika Mesopori. *Skripsi*. Jurusan Kimia FMIPA ITS.
- Gross, A., F., Sherman, E., Vajo, J.J. (2012). Aqueous room temperature synthesis of cobalt and zinc sodalite zeolitic imidazolate frameworks. *Journal of Dalton Transactions*, **41**, 5458-5460.
- He, Ming, Jianfeng, Yao, Qiu, Liu, Kun, Wang, Fanyan, Chen., Huanting, Wang. (2014). Facile synthesis of zeolitic imidazolate framework-8 from a concentrated aqueous solution. *Journal of Microporous and Mesoporous Materials*, **184**, 55-60.
- Hikmawansyah, Yoga. (2015). Sintesis Ni-ZIF-8 dengan Pelarut Air Pada Suhu kamar. *Skripsi*, Jurusan Kimia FMIPA ITS.
- Horiuchi, Y., Toyao, T., Fujiwaki, M., Dohshi, S, Kim, T.H., Matsuoka, M. (2015). Zeolitic imidazolate frameworks as heterogeneous catalysts for a one-pot P-C bond formation reaction via Knoevenagel condensation and phospho-Michael addition. *Journal of RSV Advances*, **5**, 24687-24690.
- Jafari, S., Ghorbani-Shahna, F., Bahrami, A., Kazemian, H. (2018). Adsorptive removal of toluene and carbon tetrachloride from gas phase using Zeolitic Imidazolate Framework-8: Effects of synthesis method, particle size, and pretreatment of the adsorbent. *Journal of Microporous and Mesoporous Materials*, **268**, 58-68.
- Jian, M., Liu, B., Liu, R., Qu, J., Wang, H., Zhang, X. (2015). Water-based synthesis of zeolitic imidazolate framework-8 with high morphology level at room temperature. *Journal of RSV Advances*, **5**, 48433-48441.



- Kadhom, M., Deng, B. (2018). Metal-organic frameworks (MOF) in water filtration membranes for desalination and other applications. *Journal of Applied Materials Today*, **11**, 219-230.
- Kaur, R. Rana, A., Singh, R.K., Chhabra, V.A., Kim, K.H., Deep, A. (2017). Efficient photocatalytic and photovoltaic applications with nanocomposites between CdTe QDs and an NTU-9 MOF. *Journal of RSV Advances*, **7**, 29015-29024.
- Khan, I. U., Othman, M.H.D., Jilani, A., Ismail, A.F., Hashim, H., Jaafar, J., Rahman, M.A., Rehman, G.U. (2018). Economical, environmental friendly synthesis, characterization for the production of zeolitic imidazolate imidazolate framework-8 (ZIF-8) nanoparticles with enhanced CO<sub>2</sub> adsorption. *Arabian Journal of Chemistry*, **11**, 1072-1083.
- Kida, K., Okita, M., Fujita, K., Tanaka, S., Miyake, Y. (2013). Layer-by-layer aqueous rapid synthesis of ZIF-8 films on a reactive surface. *Journal of Dalton Transactions*, **15**, 1794-1801.
- Kolomykov, O., Commenge, J.M., Alem, H., Girot, E. (2017). Microfluidic reactors for the size-controlled synthesis of ZIF-8 crystals in aqueous solution. *Journal of Materials and Design*, **122**, 31-41.
- Lai, L. S., Yeong, Y.F., Lau, K.K., Shariff, A.M. (2016). Effect of Synthesis Parameters on the Formation of ZIF-8 Under Microwave-assisted Solvothermal. *Journal of 4th International Conference on Process Engineering and Advanced Materials*, **148**, 35-42.
- Lai, Z. (2018). Development of ZIF-8 membranes: opportunities and challenges for commercial applications. *Journal of Current Opinion in Chemical Engineering*, **20**, 78-85.

- Lee, M. J., Hamid, M.R.A., Lee, J., Kim, J.S., Lee, Y.M., Jeong, H.K. (2018). Ultrathin zeolitic-imidazolate framework ZIF-8 membranes on polymeric hollow fibers for propylene/propane separation. *Journal of Membran Science*, **559**, 28-34.
- Leofanti, G. T. (1997). Catalyst characterization: characterization techniques. *Journal of Catalysis Today*, **34**, 307-327.
- Li, H. Jiang, L., Dong, W., Zhang, E., Ji, Z. (2017). Preparation and characterization of ZnO/ZIF-8 composite with selective photoelectrochemical responses. *Journal of Materials Letters*, **201**, 165-168.
- Li, Y., Zhou, K., He, M., Yao, J. (2016). Synthesis of ZIF-8 and ZIF-67 using mixed-base and their dye adsorption. *Journal of Microporous Materials*, **234**, 287-292.
- Lian, Z. Huimin, L., Lisha Y. (2014). Microwave ionothermal synthesis of ZIF-61 and its application on the curing process of cyanate ester (CE). *Journal of Material Letters*, **125**, 59-62.
- Malkar, R. S., Yadav, G.D (2018). Synthesis of cinnamyl benzoate over novel heteropoly acid encapsulated ZIF-8. *Journal of Applied Catalysis A: General*, **25**, 54-65.
- Massaoudinejad, M. Ghaderpoori, M., Shahsavani, A., Jafari, A., Kamarehie, B., Ghaderpoury, A., Amini, M.M. (2018). Ethylenediamine-functionalized cubic ZIF-8 for arsenic adsorption from aqueous solution: Modeling, isotherms, kinetics and thermodynamics. *Journal of Molecular Liquids*, **255**, 263-268.
- Nadifah, Lutfiatun. (2015). Pengaruh Perbandingan Logam-Ligan dalam Sintesis Zeolitic Imidazolate Framework-8 (ZIF-8) Secara Solvothermal. *Skripsi*, Jurusan Kimia FMIPA ITS.

- Nadjib, M. S. (2016). Synthesis Zeolitic Imidazolate Framework-8 (ZIF-8) In Solvothermal: The Effect Comparison of Metal-Ligand. *Jurnal of Ilmu Dasar*, **1**, 53-58.
- Nguyen, L., T., L., Le, K., K., A., dan Phan, N., T., S. (2012). A Zeolite Imidazolate Framework ZIF-8 Catalyst for Friedel-Crafts Acylation. *Chinese Journal of Catalysis*, **33**, 688-696.
- Nie, M., Lu, S., Lei, D., Yang, C., Zhao, Z. (2017). Rapid Synthesis of ZIF-8 Nanocrystals for Electrochemical Detection of Dopamine. *Journal of The Electrochemical Society*, **164**, 952-957.
- Nordin, M., H., A., N., A., F., Ismail., A., Mustafa, P., S., Goh, D., Rana and Matsuura. (2014). The impact of ZIF-8 particle size and heat treatment on CO<sub>2</sub>/CH<sub>4</sub> separation using asymmetric mixed matrix membrane. *Journal of RSV Advances*, **4**, 5230-5241.
- Ordoñez, M., J., C., Balkus, K., J., Ferraris, J., P., Musselman, I., H. (2010). Molecular Sieving Realized with ZIF-8/Matrimid Mixed-matrix Membranes. *Journal of Membran Science*, **361**, 28-37.
- Pan Y., Liu, Y., Zeng G., Zhao L., dan Lai Z. (2011). Rapid synthesis of zeolitic imidazolate framework-8 (ZIF-8) nanocrystals in an aqueous system. *Journal of Chemical Communications*, **47**, 2071-2073.
- Panchariya, D. K., Rai, R.K., Kumar, E.A., Singh, S.K. (2018). Core-Shell Zeolitic Imidazolate Frameworks for Enhanced Hydrogen Storage. *Journal of ACS Omega*, **3**, 167-175.
- Park, K., S., Ni, Z., Côté, A., P., Choi, J., Y., Huang, R., Uribe Romo, Fernando J., Chae, Hee K., O'Keeffe M., Yaghi, Omar M. (2006). Exceptional chemical and thermal stability of zeolitic imidazolate frameworks. *Journal of*

*Proceedings of the National Academy of Sciences of the United States of America*, **103**, 10186-10191.

- Phan, A. Doonan, C.J., Uribe-Romo F.J., Knobler, C.B., O'Keefe, M., Yaghi, O.M. (2010). Synthesis, Structure, and Carbon Dioxide Capture Properties of Zeolitic Imidazolate Frameworks. *Journal Accounts of Chemical Research*, **43**, 58-67.
- Pratiwi, Dessy Ayu. (2015). Pengaruh Penambahan Trietilamin (TEA) Dalam Sintesis ZIF-8 dengan Metode Solvotermal. *Skripsi*, Jurusan Kimia FMIPA ITS.
- Rahman, R. (2008). Pengaruh Proses Pengeringan, Anil dan Hidrotermal Terhadap Kristalinitas Nanopartikel TiO<sub>2</sub> Hasil Proses Sol-Gel. *Fakultas Teknik Departemen Metalurgi dan Material*, Depok.
- Rakhmatullah, D.K.A., Wiradini, G. (2007). Pembuatan Adsorben Dari Zeolit Alam Dengan Karakteristik Adsorption Properties Untuk Kemurnian Bioetanol. *Fakultas Teknologi Industri Institut Teknologi Bandung*, Bandung.
- Reichert, R. (2007). Scanning Electron Microscopy. *Science of Microscopy*, 133-271.
- Sahin, F., Berna, T., Halil, K., (2018). Synthesis of ZIF-7, ZIF-8, ZIF-67 and ZIF-L from recycled mother liquids. *Journal of Microporous and Mesoporous Materials*, **261**, 259-267.
- Shi, E. Lin, H., Wang, Q., Zhang, F., Shi, S., Zhang, T., Li, X., Niu, H., Qu, F. (2017). Synergistic effect of the composite films formed by zeolitic imidazolate framework-8 (ZIF-8) and porous nickel films for enhanced amperometric sensing of hydrazine. *Journal of Dalton Transactions*, **46**, 554-563.

- Shi, Q., Chen, Z., Song, Z., Li, P.J., Dong, P.J (2010). Synthesis of ZIF-8 and ZIF-67 by Steam-Assisted Conversion and an Investigation of Their Tribological Behaviors. *Journal of Angewandte Chemie*, **123.**, hal. 698-701.
- Sibilia., P. (1996). Guide to Material Characterization and Chemical Analysis, Second Edition. *John, Willey-VCH*, New York.
- Silva, P. Vilela, S.M.F., Tomé, J.P.C., Paz, F.A.A. (2015). Multifunctional metal–organic frameworks: from academia to industrial applications. *Journal of Chemistry Society Review*, **44**, 6774-6803.
- Venna, S. R., Jasinski, J. B. dan Carreon, M. A. (2010). Structural evolution of zeolitic imidazolate framework-8. *Journal of The American Society*, **51**, 18030-18033.
- Yap, M. H., Fow, K.L., Chen, G.Z. (2017). Synthesis and applications of MOF-derived porous nanostructures. *Journal of Green Energy and Environment*, **2**, 218-245.
- Yoshida, A., Kaburagi, Y., & Hishiyama, Y. (2016). *Chapter 5 - Scanning Electron Microscopy. Materials Science and Engineering of Carbon*, 71-93. Tsinghua University Press Limited.
- Zhang, Z., Xian, S., Xi, H., Wang H., dan Li, Z. (2011). Improvement of CO<sub>2</sub> adsorption on ZIF-8 crystals modified by enhancing basicity of surface. *Journal of Chemical Engineering Science*, **66.**, 4878-4888.
- Zhou, H., C., Long, J., R., dan Yaghi, O., M. (2012). Introduction to Metal-Organik Frameworks. *Journal of Chemical Reviews*, **112**, 673-674.
- Zhu, M. Srinivas, D., Bhogeswararao, S., Ratnasamy, P., Carreon, M.A. (2012). Catalytic Activity Of ZIF-8 in The Synthetis of Styrene Carbonate From CO<sub>2</sub> and Styrene. *Journal of Catalysis Communications*, **32**, 36-40.

**LAMPIRAN A**  
**SKEMA KERJA**

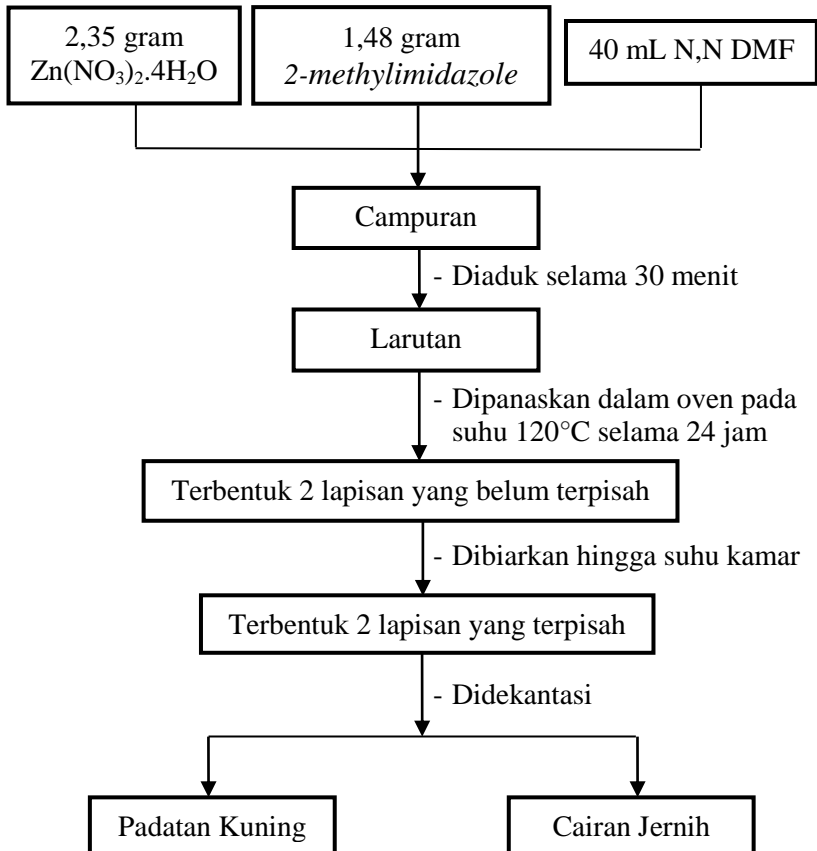
**SINTESIS ZIF-8 DALAM BEBERAPA PELARUT**  
**(DMF, Metanol, Aquades)**



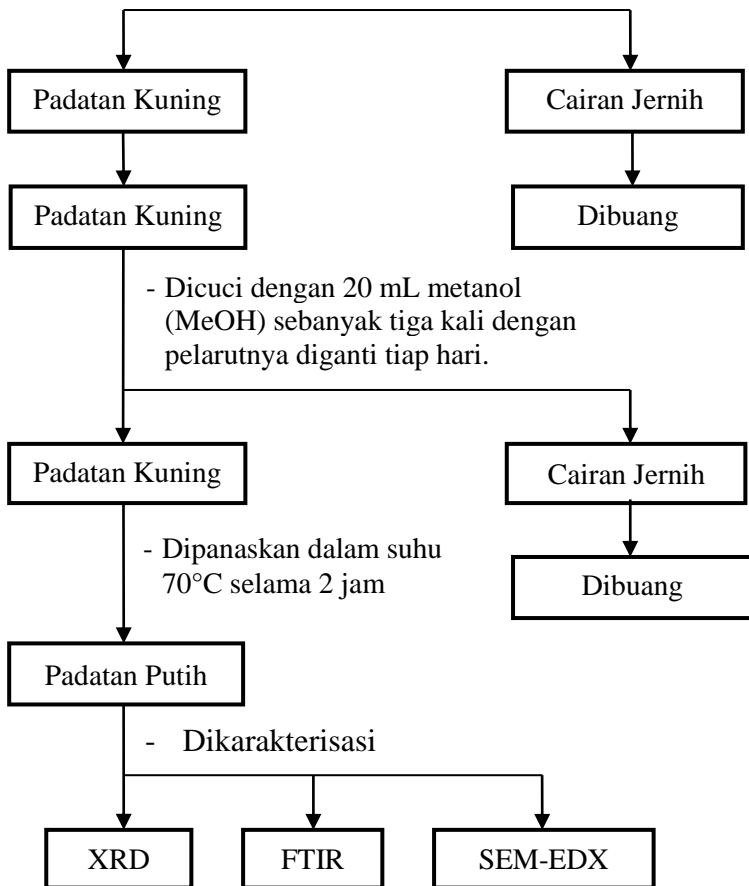
***“halaman ini sengaja dikosongkan”***

## LAMPIRAN B PROSEDUR KERJA

### A. Prosedur kerja Sintesis ZIF-8 dalam pelarut DMF

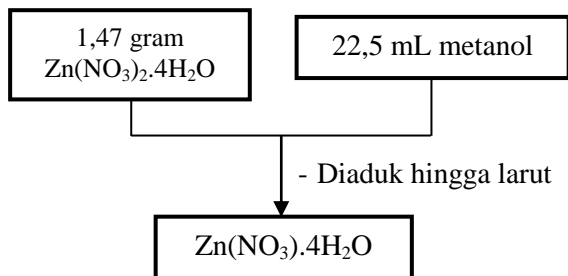




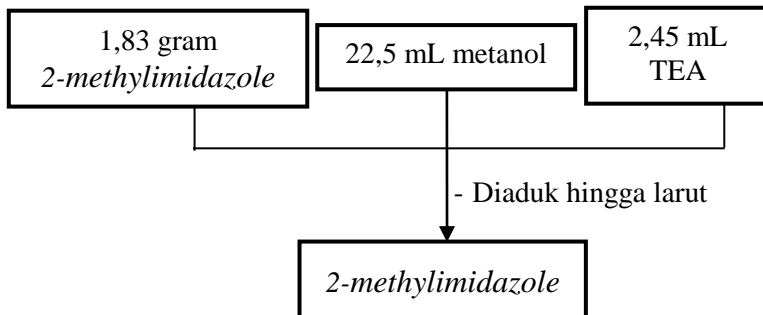


## B. Prosedur kerja Sintesis ZIF-8 dalam pelarut Metanol

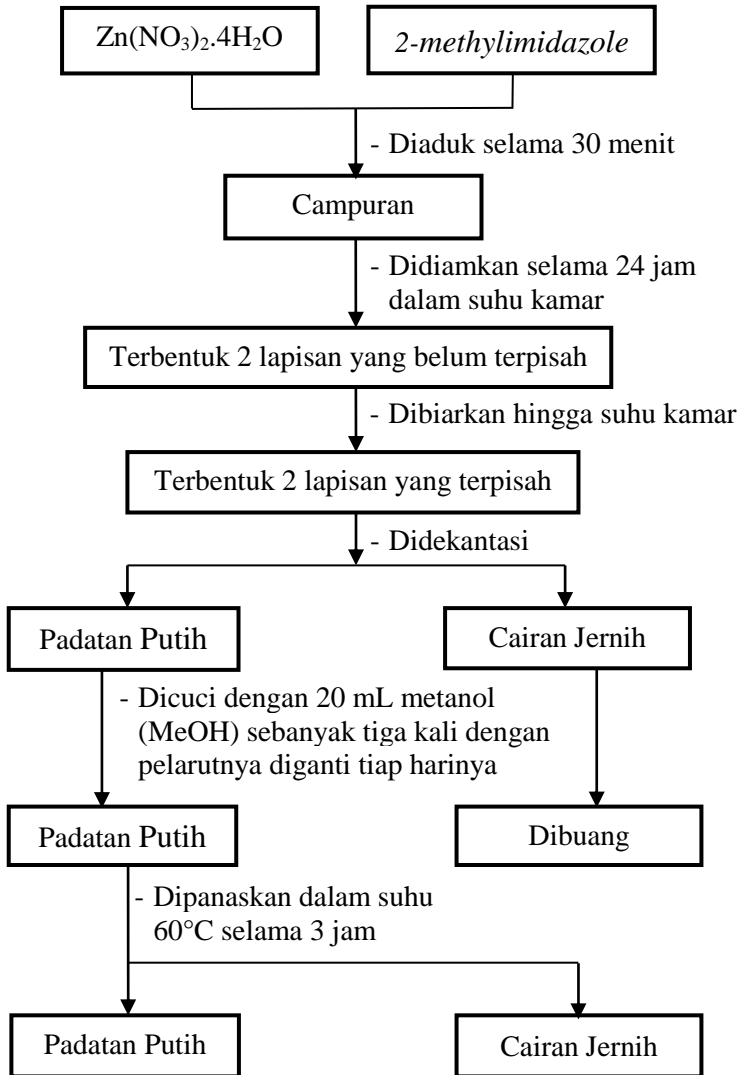
### 1. Pembuatan Larutan $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$

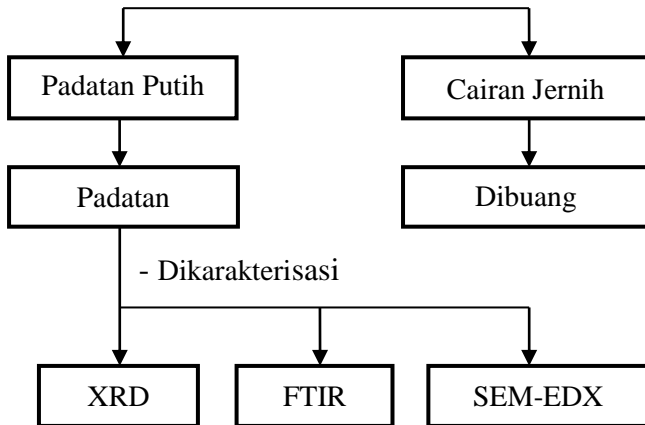


### 2. Pembuatan Larutan *2-methylimidazole*



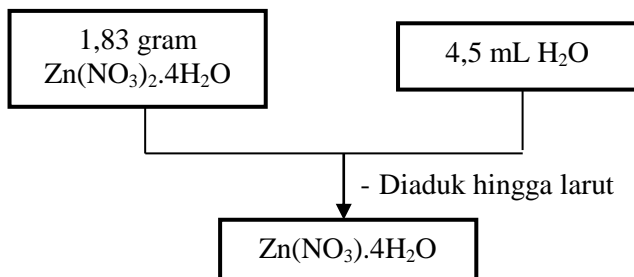
### 3. Sintesis ZIF-8



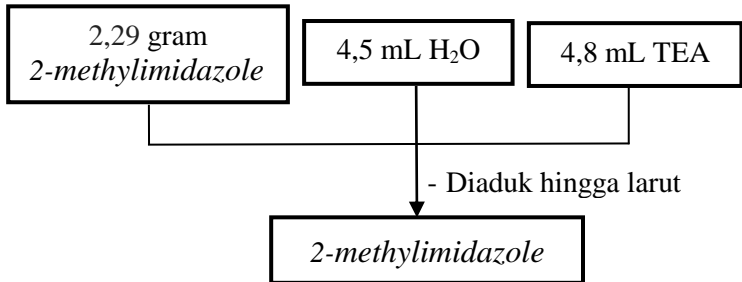


### C. Prosedur kerja Sintesis ZIF-8 dalam pelarut Aquades

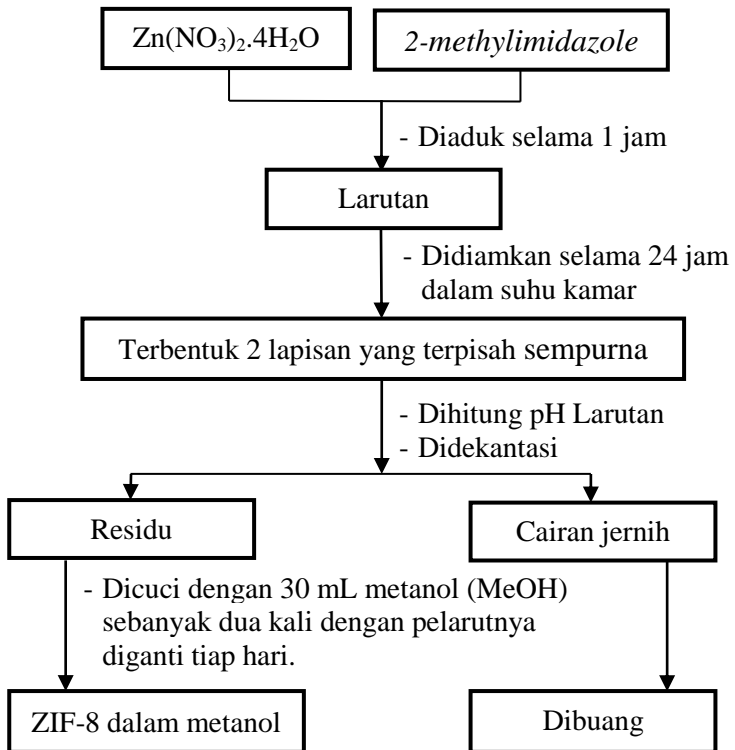
#### 1. Pembuatan Larutan $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$

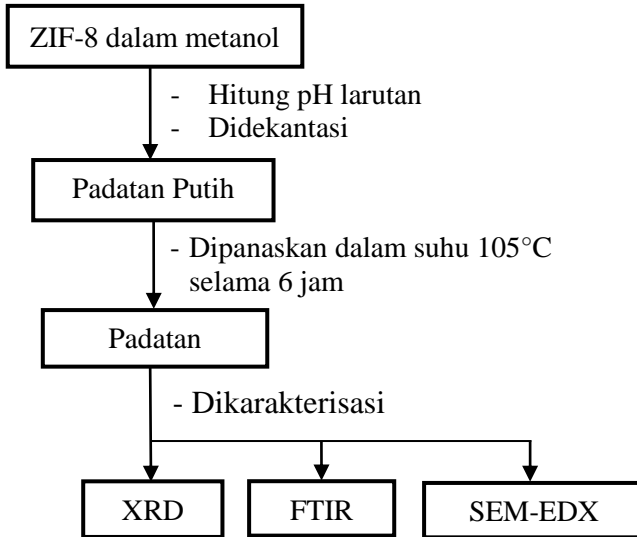


## 2. Pembuatan Larutan *2-methylimidazole*



## 3. Sintesis ZIF-8





*“halaman ini sengaja dikosongkan”*

## LAMPIRAN C

### PERHITUNGAN MASSA REAKTAN

#### Massa reaktan ZIF-8

Diketahui :

Mr $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$	= 261,44 g/mol
Mr <i>2-methylimidazole</i> (MeIm)	= 82,10 g/mol
Mr N,N-dimetilformamida	= 73,09 g/mol
$\rho$ trietilamin (TEA)	= 0,72 g/mL

#### a. Perhitungan massa reaktan ZIF-8 dalam pelarut DMF.

Perbandingan  $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$  : MeIm adalah 1:2

Digunakan 0,009 mol  $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ , maka massa  $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$  adalah :

$$\begin{aligned}\text{Massa } \text{Zn}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O} &= \text{mol } \text{Zn}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O} \times \\ &\quad \text{Mr } \text{Zn}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O} \\ &= 0,009 \text{ mol} \times 261,44 \text{ g/mol}\end{aligned}$$

$$\text{Massa } \text{Zn}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O} = 2,35 \text{ gram}$$

$$\begin{aligned}\text{Mol } 2\text{-methylimidazole} &= 2 \times \text{mol } \text{Zn}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O} \\ &= 2 \times 0,009 \text{ mol} \\ &= 0,018 \text{ mol}\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}\text{Massa } 2\text{-methylimidazole} &= \text{mol} \times \text{Mr } 2\text{-methylimidazole} \\ &= 0,018 \text{ mol} \times 82,10 \text{ g/mol} \\ &= 1,48 \text{ gram}\end{aligned}$$

#### b. Perhitungan massa reaktan ZIF-8 dalam pelarut Metanol.

Perbandingan  $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$  : MeIm : TEA adalah 1:4:4

Digunakan 0,0056 mol  $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ , maka massa  $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$  adalah :

$$\begin{aligned}\text{Massa } \text{Zn}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O} &= \text{mol } \text{Zn}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O} \times \\ &\quad \text{Mr } \text{Zn}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O} \\ &= 0,0056 \text{ mol} \times 261,44 \text{ g/mol}\end{aligned}$$



$$\text{Massa Zn(NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O} = 1,47 \text{ gram}$$

$$\begin{aligned} \text{Mol 2-methylimidazole} &= 4 \times \text{mol Zn(NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O} \\ &= 4 \times 0,0056 \text{ mol} \\ &= 0,0224 \text{ mol} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Massa 2-methylimidazole} &= \text{mol} \times \text{Mr 2-methylimidazole} \\ &= 0,0224 \times 82,10 \text{ g/mol} \\ &= 1,83 \text{ gram} \end{aligned}$$

Digunakan 1,76 gram TEA, maka volume TEA adalah:

$$\rho = \frac{m}{v}$$

$$0,72 \text{ g/mL} = \frac{1,76 \text{ gram}}{v}$$

$$0,72 \text{ g/mL} \times v = 1,76 \text{ gram}$$

$$v = \frac{1,76}{0,72}$$

$$= 2,45 \text{ mL}$$

**c. Perhitungan reaktan ZIF-8 dalam pelarut Aquades.**

Perbandingan  $\text{Zn(NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$  : MeIm : TEA adalah :1:4:4.

Digunakan 0,0070 mol  $\text{Zn(NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ , maka massa  $\text{Zn(NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$  adalah :

$$\begin{aligned} \text{Massa Zn(NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O} &= \text{mol Zn(NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O} \times \\ &\quad \text{Mr Zn(NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O} \\ &= 0,0070 \text{ mol} \times 261,44 \text{ g/mol} \end{aligned}$$

$$\text{Massa Zn(NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O} = 1,83 \text{ gram}$$

$$\begin{aligned} \text{Mol 2-methylimidazole} &= 4 \times \text{mol Zn(NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O} \\ &= 4 \times 0,0070 \text{ mol} \\ &= 0,028 \text{ mol} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Massa 2-methylimidazole} &= \text{mol} \times \text{Mr 2-methylimidazole} \\ &= 0,028 \times 82,10 \text{ g/mol} \\ &= 2,29 \text{ gram} \end{aligned}$$

Digunakan 3,45 gram TEA, maka volume TEA adalah:

$$\rho = \frac{m}{v}$$

$$0,72 \text{ g/mL} = \frac{3,45 \text{ gram}}{v}$$

$$v = \frac{3,45 \text{ gram}}{0,72 \text{ g/mL}} \\ = 4,8 \text{ mL}$$

*“halaman ini sengaja dikosongkan”*

## LAMPIRAN D PERHITUNGAN KRISTALINITAS

Nilai derajat kristalinitas dihitung dengan perbandingan persentase total 3 puncak karakteristik suatu material dengan persentase total 3 puncak karakteristik suatu material yang memiliki nilai terbesar dengan asumsi 100%.

**a. Puncak karakteristik ZIF-8 DMF, yaitu :**

$$\text{Puncak 1} = 4046,04 \text{ cm}^{-1}$$

$$\text{Puncak 2} = 638,49 \text{ cm}^{-1}$$

$$\text{Puncak 3} = 1360,31 \text{ cm}^{-1}$$

$$\text{Total area dibawah kurva} = 6044,84 \text{ cm}^{-1}$$

**b. Puncak karakteristik ZIF-8 Metanol, yaitu :**

$$\text{Puncak 1} = 2572,86 \text{ cm}^{-1}$$

$$\text{Puncak 2} = 1278,12 \text{ cm}^{-1}$$

$$\text{Puncak 3} = 1339,93 \text{ cm}^{-1}$$

$$\text{Total area dibawah kurva} = 5190,91 \text{ cm}^{-1}$$

**c. Derajat kristalinitas ZIF-8 Metanol**

$$K = \frac{L_c}{L} \times 100\%$$

$$= \frac{5190,91}{6044,84} \times 100\%$$

$$= 85,87\%$$

**d. Derajat Kristalinitas ZIF-8**

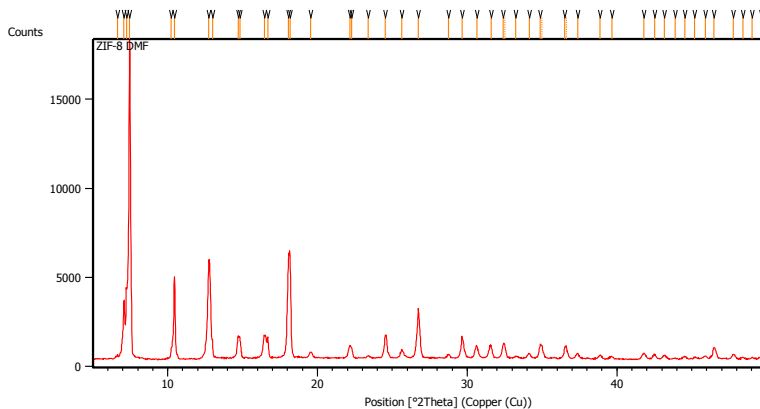
Pelarut (%)		
DMF	Metanol	Aquades
100,00	85,87	14,13

*“halaman ini sengaja dikosongkan”*

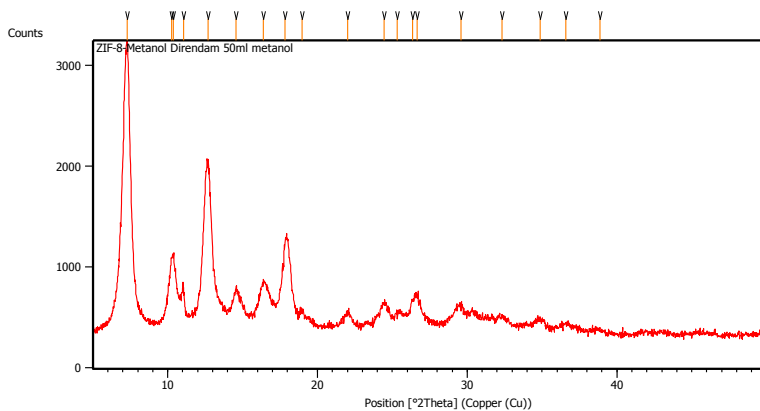
## LAMPIRAN E KARAKTERISASI ZIF-8

### E.1 Difraksi Sinar-X

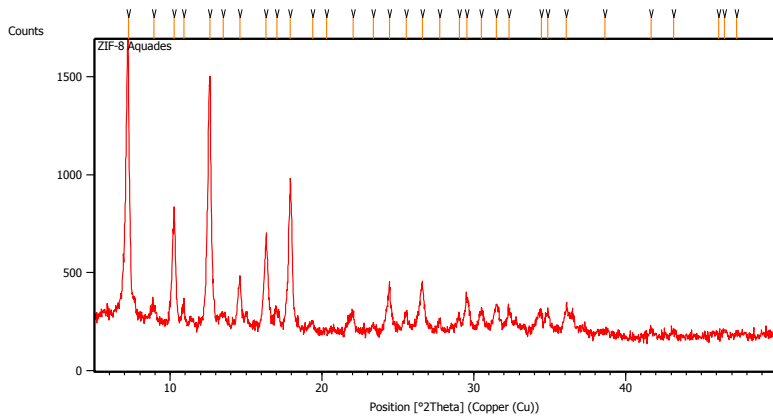
#### E.1.1 Difraktogram ZIF-8 dalam pelarut DMF



#### E.1.2 Difraktogram ZIF-8 dalam pelarut Metanol

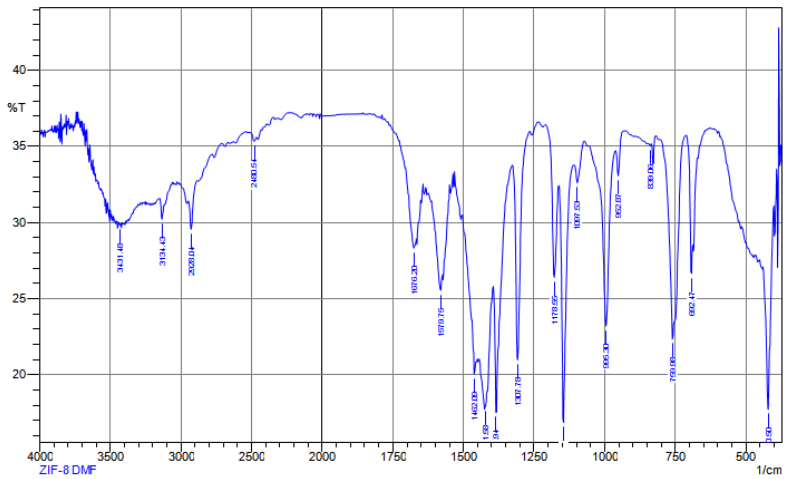


### E.1.3 Difraktogram ZIF-8 dalam pelarut Aquades

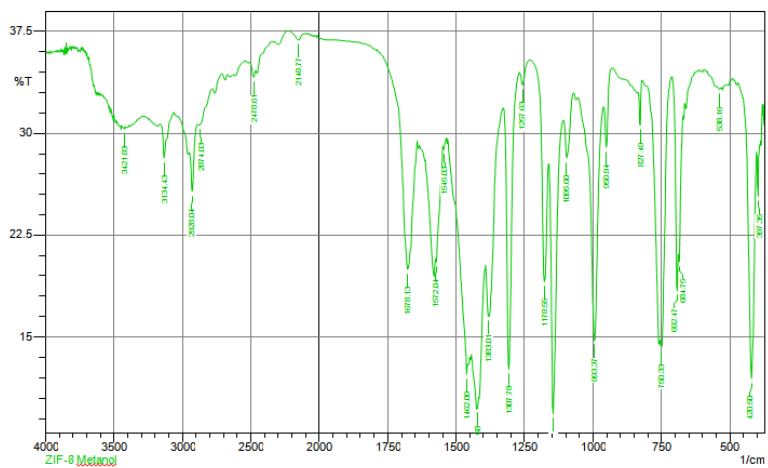


## E.2 FTIR

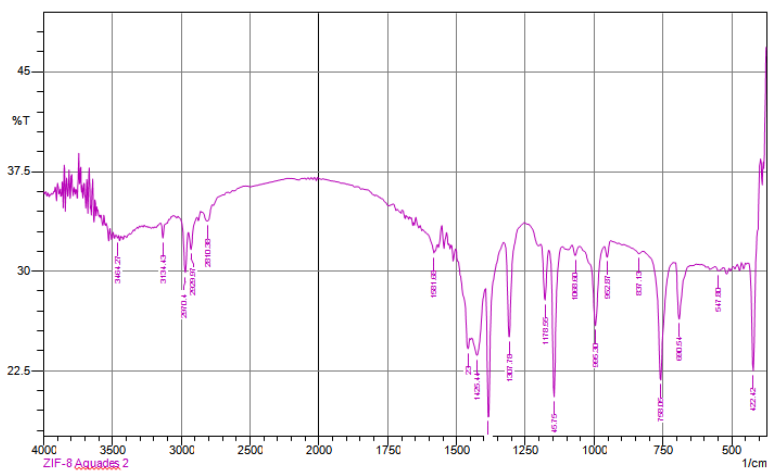
### E.2.1 Spektra FTIR ZIF-8 dalam pelarut DMF



## E.2.2 Spektra FTIR ZIF-8 dalam pelarut Metanol

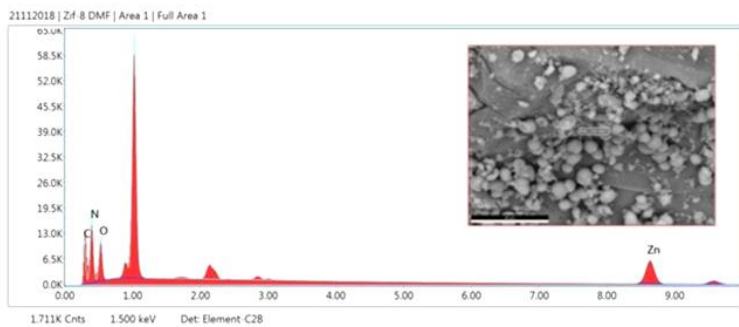


## E.2.3 Spektra FTIR ZIF-8 dalam pelarut Aquades

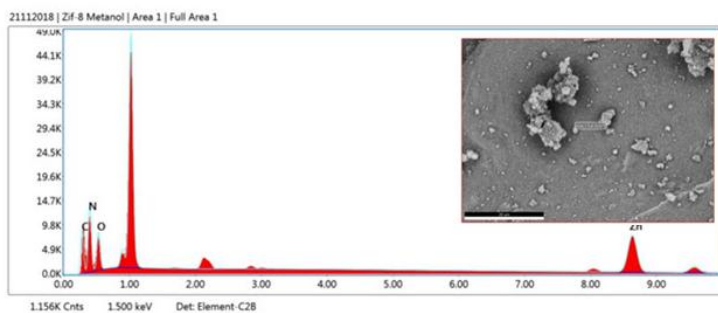




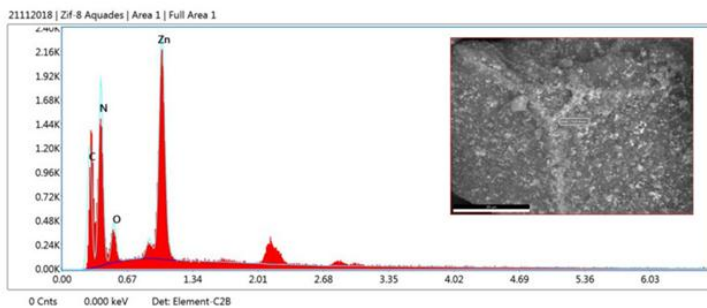
### E.2.4 SEM-EDX ZIF-8 dalam pelarut DMF



### E.2.5 SEM-EDX ZIF-8 dalam pelarut Metanol



### E.2.6 SEM-EDX ZIF-8 dalam pelarut Aquades



## BIODATA PENULIS



Penulis bernama lengkap Moh Falih Rezki Rizaldy, dilahirkan di Gresik, 3 Mei 1996, merupakan anak pertama. Penulis telah menempuh pendidikan formal, yaitu SD Muhammadiyah 1 Gresik (2002-2008), SMPN 4 Gresik (2008-2011), SMA Muhammadiyah 1 Gresik (2011-2014). Pada tahun 2014 penulis resmi diterima di Departemen Kimia ITS Surabaya dengan NRP. 01211440000101. Selama kuliah aktif mengikuti

kegiatan seminar baik di dalam kampus maupun di luar kampus. Selain itu, penulis merupakan Peserta aktif LKMM PraTD FMIPA ITS dan menjadi panitia dalam kegiatan “*Chemistry Week*”. Penulis mengambil bidang minat Kimia Material Energi dibawah bimbingan Ir. Endang Purwanti S., MT dalam Laboratorium Kimia Material dan Energi. Penulis pernah melakukan kerja praktik di PT. Petrokimia Gresik Departemen Produksi III B. Kritik dan saran dapat disampaikan ke email penulis melalui email [falihrezki@gmail.com](mailto:falihrezki@gmail.com).

***“halaman ini sengaja dikosongkan”***