

BAB III

METODE PENELITIAN

3.1. Deskripsi Penelitian

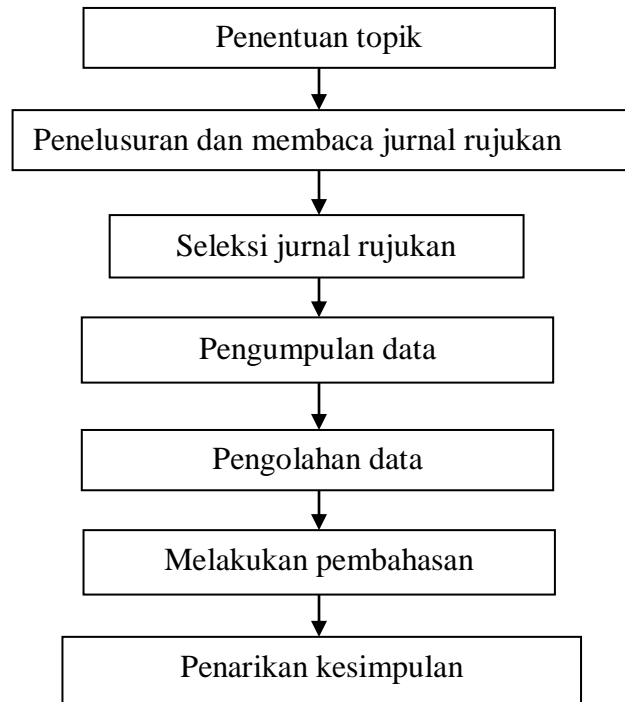
Penelitian berjudul “Pengaruh Konsentrasi Modulator, Suhu Sintesis, dan Rasio BDC:Zr Terhadap Karakter UiO-66” ini merupakan jenis penelitian kajian literatur, dimana penulis melakukan pengumpulan data dengan membaca literatur sebelumnya yang sesuai dengan topik penelitian, kemudian dibaca dan dibandingkan satu sama lain yang bertujuan untuk menyelesaikan rumusan masalah yang sedang diteliti (Leedy dan Jeane, 1997).

Model studi literatur pada penelitian ini yaitu *narrative review*, dimana penulis membaca, membandingkan, dan merangkum kumpulan literatur yang telah diseleksi sesuai dengan data yang diperlukan untuk menjawab rumusan masalah dari penelitian yang dilakukan. Dengan dilakukannya hal tersebut, maka dihasilkan studi baru yang belum pernah diteliti sebelumnya.

Data yang dianalisis merupakan data sekunder, karena penulis menggunakan data penelitian yang sudah ada pada literatur yang telah diseleksi sesuai dengan topik penelitian. Data tersebut berhubungan dengan karakter UiO-66 hasil sintesis dengan adanya variasi suhu sintesis, rasio BDC:Zr, dan konsentrasi modulator asam format, asam asetat, dan asam trifloroasetat.

3.2. Alur Penelitian

Alur penelitian kajian literatur ini disajikan pada Gambar 3.1 berikut.



Gambar 3.1. Bagan Alir Penelitian

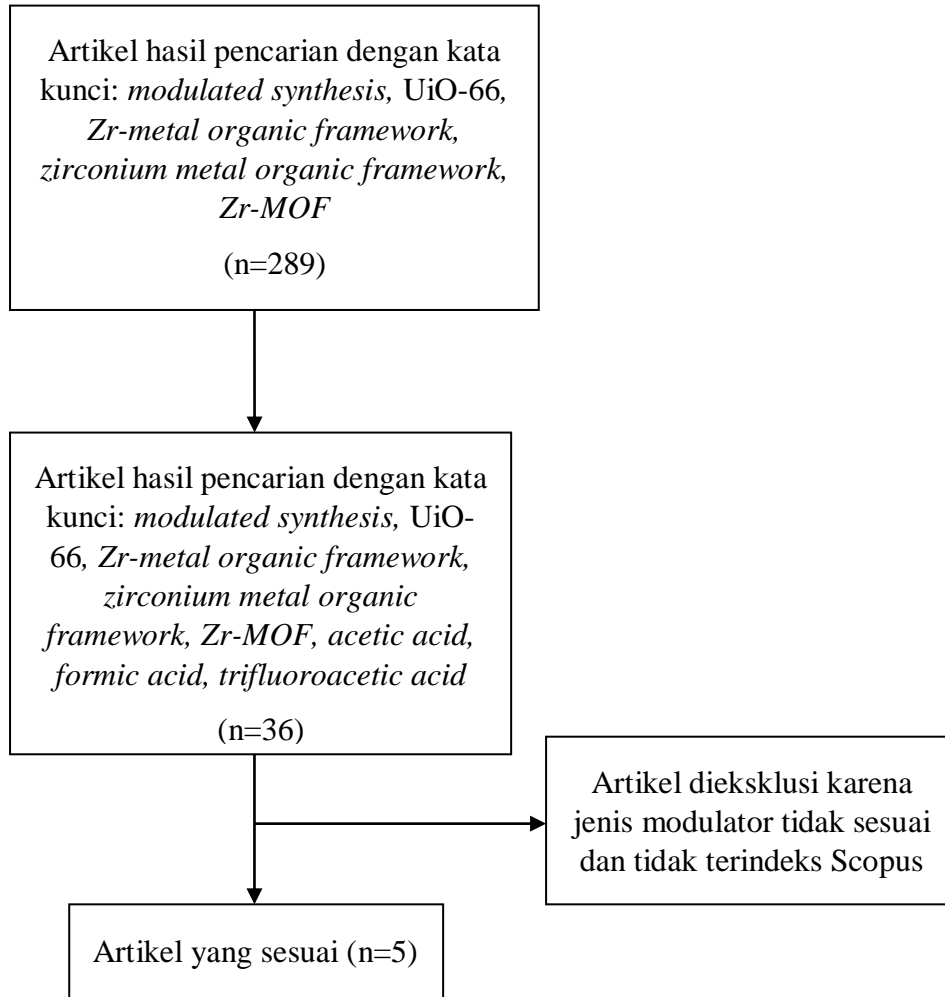
3.3. Penelusuran Jurnal Rujukan

Penelusuran jurnal rujukan dilakukan pada situs penyedia karya ilmiah *Google Scholar* dengan menggunakan kata kunci *modulated synthesis*, *UiO-66*, *Zr-metal organic framework*, *zirconium metal organic framework*, *Zr-MOF*, *acetic acid*, *formic acid*, *trifluoroacetic acid*, *synthesis temperatures*, *BDC/Zr ratios*. Kata kunci yang digunakan merupakan kata yang sesuai dengan penelitian kajian literatur yang dilakukan.

3.4. Seleksi Jurnal Rujukan

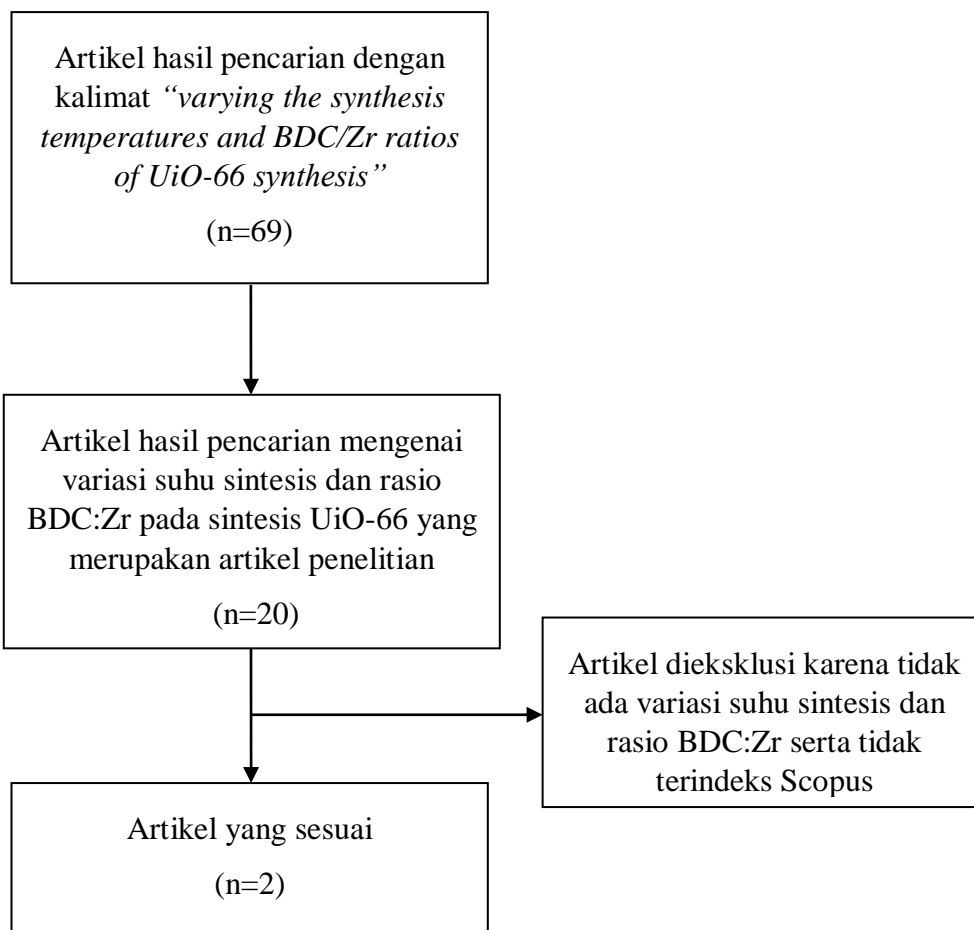
Jurnal rujukan yang telah didapatkan pada tahapan penelusuran jurnal kemudian diseleksi berdasarkan kebutuhan kajian literatur dan kriteria yang ditetapkan. Pada analisis pengaruh konsentrasi modulator, jurnal yang dipilih

memiliki kemiripan data seperti jenis MOF yang disintesis, jenis modulator yang digunakan, karakter MOF yang dianalisis, serta jurnal terindeks Scopus. **Gambar 3.2** menyajikan bagan alir tahapan seleksi jurnal rujukan mengenai sintesis modulasi UiO-66.



Gambar 3.2. Bagan Alir Seleksi Jurnal Sintesis Modulasi UiO-66

Pada analisis pengaruh suhu sintesis dan rasio BDC:Zr, jurnal yang dipilih memiliki kemiripan data seperti jenis MOF yang disintesis, kesamaan variasi suhu sintesis dan rasio BDC:Zr yang digunakan, karakter MOF yang dianalisis, serta jurnal terindeks Scopus. **Gambar 3.3** menyajikan bagan alir tahapan seleksi jurnal rujukan mengenai variasi suhu sintesis dan rasio BDC:Zr pada sintesis UiO-66.



Gambar 3.3. Bagan Alir Seleksi Jurnal Variasi Suhu Sintesis dan Rasio BDC:Zr pada Sintesis UiO-66

3.5. Deskripsi Jurnal Rujukan

Jurnal rujukan merupakan jurnal hasil penelusuran yang telah diseleksi sesuai dengan kriteria yang telah ditetapkan. Tahap seleksi jurnal rujukan menghasilkan tujuh jurnal sebagai sumber data sekunder yang digunakan pada penelitian. **Tabel 3.1** menyajikan rincian 5 jurnal penelitian mengenai sintesis UiO-66 yang menggunakan variasi konsentrasi modulator. **Tabel 3.2** menyajikan rincian 2 jurnal mengenai sintesis UiO-66 dengan menggunakan variasi suhu sintesis dan rasio BDC:Zr.

Tabel 3.1. Jurnal Rujukan Sintesis UiO-66 dengan Variasi Konsentrasi Modulator

No.	Judul Penelitian	Tahun	Kualitas Jurnal	Modulator			Karakteristik MOF yang Dianalisis					Referensi
				Asam Asetat	Asam Format	Asam Trifloro-asetat	Ukuran Kristal (<i>crystallite size</i>)	Luas Permukaan BET	Volume Pori	Zeta Potensial	Stabilitas Koloid	
1.	Modulated Synthesis of Zr-Based Metal-Organic Frameworks: From Nano to Single Crystals	2011	Terindeks <i>Scopus</i>	√	-	-	√	√	-	-	-	(Schaate et al., 2011)
2.	Modulated synthesis of zirconium-metal organic framework (Zr-MOF) for hydrogen storage Applications	2014	Terindeks <i>Scopus</i>	-	√	-	-	√	√	-	-	(Ren et al., 2014)
3.	Defect Engineering: Tuning the Porosity and Composition of the Metal–Organic Framework UiO-66 via Modulated Synthesis	2016	Terindeks <i>Scopus</i>	√	√	√	-	√	√	-	-	(Shearer et al., 2016)
4.	Role of Modulators in Controlling the Colloidal Stability and Polydispersity of the UiO-66 Metal–Organic Framework	2017	Terindeks <i>Scopus</i>	√	√	√	-	-	-	√	√	(Morris et al., 2017)
5.	Structural engineering of Zr-based metal-organic framework catalysts for optimized biofuel additives production	2020	Terindeks <i>Scopus</i>	√	√	-	√	√	√	-	-	(Jrad et al., 2020)

Tabel 3.2. Jurnal Rujukan Sintesis UiO-66 dengan Variasi Suhu Sintesis dan Rasio BDC:Zr

No.	Judul Penelitian	Tahun	Kualitas Jurnal	Kondisi Sintesis		Karakteristik MOF yang Dianalisis		Referensi
				Suhu Sintesis (°C)	Rasio BDC:Zr	Luas Permukaan BET	Volume Pori	
1.	Tuned to Perfection: Ironing Out the Defects in Metal–Organic Framework UiO-66	2014	Terindeks <i>Scopus</i>	100 160 220	2:1	√	√	(Shearer et al., 2014)
2.	Zirconium-containing UiO-66 as an efficient and reusable catalyst for transesterification of triglyceride with methanol	2016	Terindeks <i>Scopus</i>	100	1:1 2:1	√	√	(F. Zhou et al., 2016)

3.6. Pengumpulan Data

Setelah didapatkan jurnal rujukan, kemudian dilakukan pengumpulan data dari jurnal-jurnal tersebut. Data yang dikumpulkan merupakan data yang dapat menunjang penelitian, sehingga tidak semua data dari masing-masing jurnal dikumpulkan. Pada penelitian ini, data yang dikumpulkan dari jurnal rujukan yaitu data karakter UiO-66 yang dipengaruhi oleh konsentrasi modulator, suhu sintesis, dan rasio BDC:Zr. Karakter UiO-66 yang dianalisis meliputi ukuran kristal (*crystallite size*), luas permukaan BET, volume pori, zeta potensial, dan stabilitas koloid.

3.7. Pengolahan Data

Pengolahan data dilakukan pada data sekunder yang telah dikumpulkan dari masing-masing jurnal rujukan. Data disajikan dalam bentuk tabel dan kurva yang disertai pembahasan mengenai pengaruh konsentrasi modulator, suhu sintesis, dan rasio BDC:Zr terhadap karakteristik UiO-66. Pembahasan terdiri dari beberapa sub-judul, yaitu:

- a. Pengaruh konsentrasi modulator terhadap karakter UiO-66.
 - i. Ukuran kristal (*crystallite size*)
 - ii. Luas permukaan BET
 - iii. Volume pori
 - iv. Zeta potensial
 - v. Stabilitas koloid
- b. Pengaruh suhu sintesis terhadap karakter UiO-66.
- c. Pengaruh rasio BDC:Zr terhadap karakter UiO-66.

Data dibahas lebih lanjut sehingga menghasilkan informasi yang menjawab rumusan masalah penelitian.

3.8. Penarikan Kesimpulan

Tahap penarikan kesimpulan yaitu menyimpulkan hasil analisis dan pembahasan data sekunder yang telah dikumpulkan. Kesimpulan dituliskan dalam bentuk pernyataan singkat yang menjawab rumusan masalah penelitian.

3.9. Abstraksi Jurnal Rujukan

Jurnal penelitian hasil seleksi kemudian dibuat abstraksi atau dideskripsikan dengan narasi singkat. Abstraksi jurnal dilakukan dengan membuat ringkasan yang berisi nama peneliti, tahun terbit, judul penelitian, metode yang digunakan, dan ringkasan hasil penelitian terkait pengaruh konsentrasi modulator, suhu sintesis, dan rasio BDC:Zr terhadap karakter UiO-66. Berikut merupakan abstraksi jurnal rujukan hasil seleksi.

1. Schaate, A., Roy, P., Godt, A., Lippke, J., Waltz, F., Wiebcke, M., & Behrens, P. (2011). Modulated synthesis of Zr-based metal-organic frameworks: From nano to single crystals. *Chemistry - A European Journal*, 17(24), 6643–6651. <https://doi.org/10.1002/chem.201003211>.

Tujuan penelitian dalam jurnal tersebut adalah mengetahui pengaruh konsentrasi modulator terhadap karakteristik UiO-66. Salah satu modulator yang digunakan yaitu asam setat. Hasil penelitian tersebut menunjukkan bahwa meningkatnya konsentrasi modulator, menyebabkan produk berubah dari kristal yang saling tumbuh menjadi kristal individu, yang ukurannya dapat disetel.

2. Ren, J., Langmi, H. W., North, B. C., Mathe, M., & Bessarabov, D. (2014). Modulated synthesis of zirconium-metal organic framework (Zr-MOF) for hydrogen storage applications. *International Journal of Hydrogen Energy*, 39(2), 890–895. <https://doi.org/10.1016/j.ijhydene.2013.10.087>.

Telah dilakukan sintesis termulasi pada Zr-MOF. Modulator yang digunakan yaitu asam format. Sintesis tersebut menghasilkan Zr-MOF berbentuk oktahedral dengan kristalinitas tinggi dan terdefinisi dengan baik untuk aplikasi penyimpanan hidrogen praktis. Selain itu,

Zr-MOF yang dihasilkan memiliki stabilitas termal dan kelembaban yang tinggi dengan peningkatan kapasitas penyimpanan hidrogen.

3. Shearer, G. C., Chavan, S., Bordiga, S., Svelle, S., Olsbye, U., & Lillerud, K. P. (2016). Defect Engineering: Tuning the Porosity and Composition of the Metal-Organic Framework UiO-66 via Modulated Synthesis. *Chemistry of Materials*, 28(11), 3749–3761. <https://doi.org/10.1021/acs.chemmater.6b00602>.

Tujuan penelitian tersebut yaitu mengetahui pengaruh konsentrasi dan tingkat keasaman modulator terhadap konsentrasi cacat yang terbentuk pada UiO-66. Modulator yang digunakan yaitu asam asetat, asam format, dan asam trifloroasetat. Hasil penelitian tersebut menunjukkan bahwa cacat cluster yang hilang adalah cacat utama dan konsentrasi cacat tersebut dapat disetel ke tingkat yang lebih tinggi dengan mengubah konsentrasi dan/atau keasaman modulator.

4. Morris, W., Wang, S., Cho, D., Auyeung, E., Li, P., Farha, O. K., & Mirkin, C. A. (2017). Role of modulators in controlling the colloidal stability and polydispersity of the UiO-66 metal-organic framework. *ACS Applied Materials and Interfaces*, 9(39), 33413–33418. <https://doi.org/10.1021/acsami.7b01040>.

Tujuan penelitian tersebut yaitu mengetahui pengaruh jenis dan konsentrasi modulator dalam mengontrol ukuran dispersitas dan stabilitas koloid UiO-66 dalam skala nano. Modulator yang digunakan yaitu asam asetat, asam format dan asam trifloroasetat. Hasil penelitian tersebut menunjukkan bahwa ukuran kristal berhasil dikontrol dari 20 nm hingga lebih dari 1 μ m. Stabilitas koloid dari setiap MOF ditemukan sangat bergantung pada kondisi modulator yang digunakan dalam sintesis, dengan pKa yang lebih rendah dan konsentrasi asam yang lebih tinggi menghasilkan struktur yang lebih stabil. Penggunaan modulator pada konsentrasi yang lebih tinggi dan dengan pKa yang lebih rendah mengarah pada pembentukan lebih banyak cacat, sebagai konsekuensi

dari ligan asam tereftalat digantikan oleh molekul modulator, sehingga meningkatkan stabilitas koloid dari nanopartikel UiO-66.

5. Jrad, A., Hmadeh, M., Abu Tarboush, B. J., Awada, G., & Ahmad, M. (2020). Structural engineering of Zr-based metal-organic framework catalysts for optimized biofuel additives production. *Chemical Engineering Journal*, 382(July 2019), 122793. <https://doi.org/10.1016/j.cej.2019.122793>.

Penelitian tersebut melaporkan penyelidikan pertama dari pembentukan cacat pada struktur UiO-66 yang diakibatkan oleh modulator dan pengaruhnya terhadap aktivitas katalitik UiO-66. Modulator yang digunakan yaitu asam asetat dan asam format. Lima belas sampel MOF berbasis UiO-66 digunakan sebagai katalis dalam reaksi esterifikasi asam butirat dengan adanya butanol untuk menghasilkan aditif biofuel hijau baru, butil butirat. Hasil penelitian tersebut menunjukkan bahwa peningkatan keasaman atau konsentrasi modulator secara signifikan meningkatkan jumlah *missing linker* per *cluster*, luas permukaan, dan volume pori UiO-66. Hal ini menyebabkan peningkatan konversi ke butil butirat ke tingkat yang lebih tinggi daripada yang dicapai sebelumnya dengan sistem serupa. Konversi yang ditingkatkan di setiap struktur dikaitkan dengan situs yang rusak sebagai tautan yang hilang yang bertindak sebagai pusat katalitik untuk aktivasi asam butirat.

6. Shearer, G. C., Chavan, S., Ethiraj, J., Vitillo, J. G., Svelle, S., Olsbye, U., Lamberti, C., Bordiga, S., & Lillerud, K. P. (2014a). Tuned to perfection: Ironing out the defects in metal-organic framework UiO-66. *Chemistry of Materials*, 26(14), 4068–4071. <https://doi.org/10.1021/cm501859p>.

Tujuan penelitian tersebut adalah mengetahui hubungan antara beberapa parameter sintesis dengan sifat fisikokimia UiO-66 dan menemukan metode yang menghasilkan sampel yang “ideal”. Digunakan 3 variasi suhu sintesis (100, 160, dan 220°C) dan 5 variasi

rasio BDC:Zr (1:1, 5:4, 3:2, 7:4, dan 2:1). Hasil penelitian menunjukkan bahwa kondisi sintesis mempengaruhi sifat UiO-66 yang dihasilkan. Sampel semakin “ideal” saat rasio BDC:Zr dan/atau suhu sintesis meningkat. Peningkatan suhu sintesis dan/atau rasio BDC:Zr menggeser kesetimbangan larutan ke ikatan BDC-Zr, membantu "menyetrika" defisiensi penghubung. UiO-66 "ideal" dengan stabilitas termal tak tertandingi dihasilkan saat sintesis menggunakan rasio BDC:Zr 2:1 pada suhu sintesis 220 °C.

7. Zhou, F., Lu, N., Fan, B., Wang, H., & Li, R. (2016). Zirconium-containing UiO-66 as an efficient and reusable catalyst for transesterification of triglyceride with methanol. *Journal of Energy Chemistry*, 25(5), 874–879. <https://doi.org/10.1016/j.jechem.2016.06.003>.

Tujuan penelitian tersebut yaitu mengeksplorasi lebih lanjut aplikasi UiO-66 berbasis zirkonium dalam reaksi yang dikatalisis asam dan menjelaskan efek cacat pada UiO-66 terhadap kinerja katalitiknya. UiO-66 disintesis dengan memvariasikan suhu sintesis dan rasio BDC/Zr (asam tereftalat/ZrCl₄) dalam sistem sintesis. Terdapat 3 variasi suhu sintesis (100, 160, dan 220°C) dan 2 variasi rasio BDC:Zr (1:1 dan 1:2). Kinerja katalitik sampel diselidiki dalam transesterifikasi tributirin dan minyak kedelai dengan metanol. Hasil penelitian tersebut menunjukkan bahwa sampel UiO-66 dengan jumlah cacat yang berbeda berhasil dibentuk dengan memvariasikan suhu sintesis dan/atau rasio BDC/Zr yang digunakan dalam sistem sintesis. Aktivitas katalitik bahan UiO-66 sangat bergantung pada cacat penghubungnya dan ditingkatkan dengan bertambahnya jumlah cacat. UiO-66 adalah katalis yang efisien untuk transesterifikasi tributirin dan minyak kedelai dengan metanol di bawah kondisi reaksi ringan dan aktivitas katalitiknya sebanding dengan katalis asam padat lainnya yang dilaporkan dalam literatur. Katalis UiO-66 relatif stabil dan dapat digunakan kembali.