



TESIS - SK142502

SINTESIS NANOPARTIKEL ALUMINIUM OKSIDA DENGAN METODE ELEKTROKIMIA

MARIA MAGDALENA KOLO
NRP 1414 201 040

DOSEN PEMBIMBING
Dr. rer. nat. Fredy Kurniawan, M.Si

PROGRAM MAGISTER
BIDANG KEAHLIAN KIMIA ANALITIK
JURUSAN KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
INSTITUT TEKNOLOGI SEPULUH NOPEMBER
SURABAYA
2016



THESIS - SK142502

**SYNTHESIS OF ALUMINIUM OXIDE
NANOPARTICLE WITH ELECTROCHEMISTRY
METHOD**

MARIA MAGDALENA KOLO
NRP 1414 201 040

SUPERVISOR
Dr. rer. nat. Fredy Kurniawan, M.Si

MAGISTER PROGRAM
EXPERTISE FIELD OF ANALYTICAL CHEMISTRY
DEPARTMENT OF CHEMISTRY
FACULTY OF MATHEMATICS AND NATURAL SCIENCES
INSTITUT TEKNOLOGI SEPULUH NOPEMBER
SURABAYA
2016

LEMBAR PENGESAHAN TESIS

Tesis ini disusun untuk memenuhi salah satu syarat memperoleh gelar

Magister Sains (M.Si)

Di

Institut Teknologi Sepuluh Nopember Surabaya

Oleh:

Maria Magdalena Kolo

NRP. 1414201040

Tanggal Ujian : 4 Agustus 2016

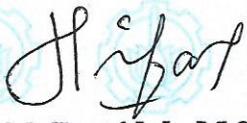
Periode Wisuda : September 2016

Disetujui oleh:


1. Dr. rer. nat. Fredy Kurniawan, M.Si (Pembimbing)
NIP. 19740428 199802 1 001


2. Suprpto, M.Si, Ph.D (Penguji)
NIP. 19720919 199802 1 002


3. Prof. Dr. Taslim Ersam, M.S (Penguji)
NIP. 19520816 197903 1 004


4. Dr. Afifah Rosyidah, M.Si (Penguji)
NIP. 19730112 199802 2 001



Direktur Program Pascasarjana,


Prof. Ir. Djauhar Manfaat, M.Sc, Ph.D

NIP. 19601202 198701 1 001

SINTESIS NANOPARTIKEL ALUMINIUM OKSIDA DENGAN METODE ELEKTROKIMIA

Nama : Maria Magdalena Kolo
NRP : 1414 201 040
Pembimbing : Dr. rer. nat. Fredy Kurniawan, M.Si

ABSTRAK

Telah dilakukan penelitian dengan judul Sintesis Nanopartikel Aluminium Oksida dengan Metode Elektrokimia secara elektrolisis. Proses sintesis ini menggunakan seperangkat alat elektrolisis yang terdiri dari katoda (Al) dan anoda (Al), kemudian larutan NaCl sebagai elektrolit. Adapun variasi konsentrasi elektrolit yang digunakan pada penelitian ini yaitu, 0,1 M; 0,2 M; 0,3 M; 0,4 M dan 0,5 M. Variasi potensial yang digunakan yaitu 10 Volt; 20 Volt; 30 V; 40 Volt dan 50 Volt. Pada tahap awal elektrolisis dimulai menggunakan variasi konsentrasi larutan NaCl untuk mengetahui absorbansi tertinggi pada panjang gelombang maksimum yang kemudian dipakai untuk proses elektrolisis pada variasi potensial. Proses elektrolisis berlangsung selama 15 menit sampai terjadi perubahan warna larutan dari tidak berwarna menjadi keruh. Hasil yang diperoleh yaitu larutan NaCl dengan konsentrasi 0,3 M. Analisa ukuran partikel dari alumina nanopartikel menggunakan instrument *Zetasizer*. Hasil analisa ukuran partikel dari pengaruh variasi larutan NaCl yang digunakan untuk setiap konsentrasi dari 0,1 M - 0,5 M yaitu 96,2 nm; 107,4 nm; 120,1 nm; 125,8 nm dan 211,0 nm. Kemudian pengaruh variasi potensial terhadap ukuran nanopartikel yang dihasilkan dari variasi potensial 10 Volt – 50 Volt yaitu 49,69 nm; 57,76 nm; 70,99 nm; 71,77 nm dan 120,1 nm. Semakin besar konsentrasi NaCl yang digunakan maka ukuran nanopartikel yang dihasilkan semakin besar pula. Demikian semakin besar potensial yang digunakan maka semakin besar pula ukuran nanopartikel yang terbentuk. Dari metode ini dihasilkan γ - Al₂O₃.

Kata kunci : alumina, nanopartikel, potensial, NaCl, Uv-Vis, zetasizer.

SYNTHESIS OF ALUMINIUM OXIDE NANOPARTICLE WITH ELECTROCHEMICAL METHOD

Name : Maria Magdalena Kolo
Student Identity Number : 1414 201 040
Supervisor : Dr. rer. nat. Fredy Kurniawan, M.Si

ABSTRACT

The Synthesis of Aluminum Oxide Nanoparticles with Eelectrochemical Method have been investigated. The electrochemical cell consist of cathode (Al) and anode (Al), then a solution of NaCl as the electrolyte. The variation of the concentration of electrolytes used in this study i.e, 0.1 M; 0.2 M; 0.3 M; 0.4 M and 0.5 M. The variation of the potential i.e. 10 Volt; 20 Volt; 30 V; 40 Volt and 50 Volt. In the first step electrolysis started using varying concentrations of NaCl solution to determine the highest absorbance at the maximum wavelength which is then used for the electrolysis process in a potential variation. The reaction was conducted for 15 minutes until the color changes from colourless solution becomes cloudy. The results obtained by the NaCl solution with a concentration of 0.3 M. Particle size analysis of alumina nanoparticles using a Zetasizer instrument. The results of particle size analysis of the effect of variations in NaCl solution were used for each concentration of 0.1 M - 0.5 M which is 96.2 nm; 107.4 nm; 120.1 nm; 125.8 nm and 211.0 nm respectively. Then the effect of a potential variation of the size of nanoparticles resulting from the potential variation 10 Volt - 50 Volt is 49.69 nm; 57.76 nm; 70.99 nm; 71.77 nm and 120.1 nm. The particle zise increases with the concentration of NaCl used. Similarly, the particle zise increased with the potential. From this method produced γ - Al₂O₃ phase.

Keyword: alumina, nanoparticles, potentially, NaCl, UV-Vis, Zetasizer.

KATA PENGANTAR

Puji dan syukur penulis panjatkan kehadiran Tuhan Yang Maha Kuasa atas segala rahmat, bimbingan dan penyertaanNya sehingga Tesis yang berjudul, **“Sintesis Nanopartikel Aluminium Oksida Dengan Metode Elektrokimia”** dapat diselesaikan dengan baik. Tesis ini disusun sebagai prasyarat untuk memperoleh gelar Magister Sains pada Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Institut Teknologi Sepuluh Nopember.

Penulis menyampaikan banyak terimakasih kepada :

1. Dr. rer. Nat Fredy Kurniawan, M.Si selaku dosen pembimbing yang telah berkenan membimbing, mengarahkan, menasehati dan memberikan motivasi sehingga proposal tesis dapat terselesaikan.
2. Dosen-dosen penguji atas arahan dan saran untuk penelitian ini.
3. Prof. Mardi Santoso, Ph.D. selaku kaprodi Magister Kimia ITS.
4. Bapak Hamzah Fansuri, Ph.D. selaku ketua Jurusan Kimia FMIPA-ITS.
5. Orang tua dan keluarga atas doa, dukungan, kasih sayang dan motivasinya.
6. Teman-teman Program S2 Kimia angkatan 2014, anggota Laboratorium Kimia Analitik Instrumentasi serta semua pihak yang telah mendukung selama penulisan Tesis ini.

Penulis menyadari sepenuhnya bahwa Tesis ini tentu tidak lepas dari kekurangan, maka dari itu segala saran dan kritik yang membangun untuk kebaikan Tesis sangat diperlukan. Semoga Tesis ini memberikan manfaat bagi penulis maupun pembaca.

Surabaya, 04 Agustus 2016

Penulis

DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL	i
HALAMAN PENGESAHAN	iii
ABSTRAK	iv
ABSTRACT	v
KATA PENGANTAR	vi
DAFTAR ISI	viii
DAFTAR GAMBAR	xi
DAFTAR LAMPIRAN	xii
BAB I PENDAHULUAN	1
1.1 Latar Belakang.....	1
1.2 Perumusan Masalah.....	4
1.3 Tujuan Penelitian.....	4
1.4 Manfaat Penelitian.....	4
BAB II KAJIAN PUSTAKA DAN DASAR TEORI	5
2.1 Alumina	5
2.2 Nanopartikel	6
2.3 Metode Pembuatan Alumina	6
2.4 Elektrokimia	10
2.5 Karakterisasi Alumina	14
2.5.1 Spektroskopi Ultraviolet-Visible (UV-Vis)	14
2.5.2 Difraksi Sinar-X (XRD)	15
2.5.3 Fourier Transform Infrared (FTIR)	17
2.5.4 Particle Size Analyser (Zetasizer)	19
BAB III METODOLOGI PENELITIAN	21
3.1 Alat Dan Bahan	21
3.1.1 Alat	21
3.1.2 Bahan.....	21
3.2 Prosedur Kerja	21
3.2.1 Pembuatan Sel Elektrolisis.....	21
3.2.2 Pengaruh Konsentrasi NaCl Untuk Sintesis Nanopartikel	

Alumina	22
3.2.3 Pengaruh Potensial Untuk Sintesis Nanopartikel Alumina	23
3.2.3 Karakterisasi Alumina	23
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN	25
4.1 Sintesis dan Pembentukan Alumina Nanopartikel	26
4.1.1 Pengaruh Konsentrasi NaCl pada Sintesis Alumina Nanopartikel	26
4.1.2 Pengaruh Potensial Pada Sintesis Alumina Nanopartikel	35
4.2 Hasil Analisa FTIR Alumina Nanopartikel.....	42
4.3 Hasil Analisa X-ray Diffraction Alumina Nanopartikel	43
BAB V KESIMPULAN DAN SARAN.....	47
5.1 Kesimpulan	47
5.2 Saran.....	47
DAFTAR PUSTAKA	49
LAMPIRAN	55

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1 Gambar Spektrum Serapan UV-Vis.....	15
Gambar 2.2 Gambar difraksi X-ray	17
Gambar 2.3 Hasil FTIR nanopartikel alumina.....	18
Gambar 3.1 skema sel elektrolisis dalam sintesis alumina nanopartitel	22
Gambar 4.1 Proses sintesis nanopartikel aluminium oksida.....	27
Gambar 4.2 Gambar Perubahan Warna Larutan Saat Proses Sintesis Alumina Nanopartikel Menggunakan Variasi Larutan NaCl.....	29
Gambar 4.3 Spektrum Uv-Vis Koloid Alumina Nanopartikel yang Disintesis dengan Variasi Konsentrasi NaCl pada Potensial 50 volt.....	32
Gambar 4.4. Kondisi larutan alumina nanopartikel setelah terjadi Pengendapan	34
Gambar 4.5 Massa Al yang Terlarut dalam Koloid Alumina Nanopartikel pada Saat Proses Sintesis dengan Konsentrasi NaCl 0,1 M-0,5M pada Potensial 50 V	35
Gambar 4.6 Ukuran Partikel Alumina Hasil Analisa Instrument Zetasizer pada Proses Sintesis dengan Konsentrasi NaCl 0,1 M-0,5 M pada Potensial 50 Volt	36
Gambar 4.7 Gambar Perubahan Warna Larutan Saat Proses Sintesis Alumina Nanopartikel Menggunakan Variasi potensial	38
Gambar 4.8 Spektrum Uv-Vis Koloid Alumina Nanopartikel yang Disintesis dengan Variasi Potensial dengan Konsentrasi NaCl 0,3 M.....	40
Gambar 4.9 Massa Al yang Terlarut dalam Koloid Alumina Nanopartikel pada Saat Proses Sintesis dengan potensial 10 V- 50 V pada Konsentrasi NaCl 0,3 M	42
Gambar 4.10 Ukuran Partikel Alumina Hasil Analisa Instrument Zetasizer pada Proses Sintesis dengan Potensial 10V – 50 V pada Konsentrasi NaCl 0,3 M.....	43
Gambar 4.11 Spektra FTIR Alumina Nanopartikel	45
Gambar 4.12 pola difaktogram XRD dari alumina nanopartikel.....	46

DAFTAR LAMPIRAN

A. Skema kerja	55
B. Hasil analisa Xrf Logam Al.....	57
C. Hasil analisa X-ray Diiffraction Al ₂ O ₃	58
D. Hasil analisa FTIR Al ₂ O ₃	59
E. Analisa ukuran partikel (Zetasizer)	60

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Nanoteknologi merupakan kajian ilmu dan rekayasa material dalam skala nanometer yang sedang dikembangkan oleh para ilmuwan di seluruh dunia. Nanoteknologi telah banyak dikaji dalam berbagai penelitian seperti bidang ilmu material, kimia, fisika, lingkungan, biologi dan rekayasa (Huang dkk, 2006). Salah satu bagian nanoteknologi yang merupakan aspek penting adalah nanopartikel karena sudah diaplikasikan dalam berbagai bidang. Secara umum nanopartikel dapat diartikan sebagai suatu partikel dengan ukuran nanometer yaitu sekitar 1-100 nm (Mohanraj dkk, 2006). Material atau struktur berukuran nano mempunyai sifat-sifat yang berbeda dari material aslinya. Nanopartikel dapat terjadi secara alamiah maupun melalui proses sintesis oleh manusia salah satunya adalah aluminium oksida (Grillo dkk, 2014).

Aluminium oksida (Al_2O_3) atau yang dikenal sebagai alumina termasuk dalam jenis keramik oksida. Aluminium oksida merupakan lapisan tipis yang terbentuk dari reaksi antara aluminium dan oksigen. Alumina memiliki banyak kegunaan dalam bidang elektronik, katalis dan termal (Zaki dkk, 2012), (Mishra dkk, 2012), (Afkhamia dkk, 2010). Hal ini karena alumina memiliki sifat fisis yang baik antara lain, daya tahan panas yang tinggi, penghambat listrik yang baik, tahan terhadap abrasi, dan daya tahan terhadap korosi yang tinggi (Ghanizadehdkk, 2013). Aplikasi alumina yang sangat luas menyebabkan kebutuhan akan alumina terus meningkat pesat sehingga secara tidak langsung mempengaruhi perkembangan dalam rekayasa sintesis alumina.

Perkembangan aplikasi alumina dewasa ini adalah pemanfaatan alumina berukuran nano (nanoalumina). Keunggulan dari nanoalumina antara lain memiliki luas permukaan dan volume yang lebih besar jika dibandingkan dengan partikel sejenis dalam ukuran besar. Partikel berukuran kecil dapat meningkatkan luas area permukaan sehingga meningkatkan laju reaksi. Hal ini membuat nanoalumina dapat berperan sebagai katalis dan reaktan yang baik (Tok dkk, 2006). Dewasa ini telah dikembangkan berbagai cara untuk menghasilkan alumina nanopartikel

dengan metode yang berbeda dan dikategorikan dalam metode fisika dan metode kimia. Metode fisika meliputi *mechanical milling* (Wu, 2001), *laser ablation* (Al-Mamun dkk, 2012), dan *flame spray* (Tok dkk, 2006). Metode kimia yang digunakan dalam pembuatan nanopartikel antara lain metode sol gel (Mirjalili dkk, 2011), hidrotermal (Ghanizadeh dkk, 2013), presipitasi (Jian-hong dkk, 2009) dan mikroemulsi (Ke-long dkk, 2006).

Metode sol gel didasarkan pada transformasi fase sol yang diperoleh dari alkoksida logam, misalnya natrium etoksida ($\text{CH}_3\text{CH}_2\text{ONa}$), atau organologam misalnya etilnatrium ($\text{C}_2\text{H}_5\text{Na}$). Sol merupakan sistem koloid dimana suatu zat padat tersuspensi dalam zat cair mengandung partikel dalam suspensi dipolimerisasi pada suhu rendah, untuk membentuk gel basah. Pelarut dihilangkan dengan pengeringan gel dilanjutkan dengan perlakuan panas untuk mengubah gel menjadi padatan (Rogajan dkk, 2011, Mirjalili, dkk 2011).

Proses hidrotermal melibatkan penggunaan pelarut di atas suhu dan tekanan di atas titik didihnya. Hal ini akan mengakibatkan terjadinya peningkatan daya larut dari padatan dan meningkatnya kecepatan reaksi antar padatan. Pada metode hidrotermal ini penggunaan air sebagai pelarut di atas titik didihnya, harus dilakukan pada sistem tertutup. Hal ini dikarenakan untuk mencegah hilangnya pelarut saat dipanaskan di atas titik didihnya (Ghanizadeh dkk, 2013).

Metode presipitasi merupakan metode sintesis senyawa anorganik yang didasarkan pada pengendapan lebih dari satu substansi secara bersama-sama ketika melewati titik jenuhnya. Beberapa zat yang paling umum digunakan sebagai zat pengendap dalam presipitasi adalah hidroksida, karbonat, sulfat dan oksalat (Jian-hong dkk, 2009).

Metode mikroemulsi merupakan kombinasi dari air, minyak, surfaktan dan alkohol atau amina yang merupakan kosurfaktan menghasilkan larutan jernih dan homogen. Ketika dua fasa yang tidak saling bercampur ada dalam satu sistem, maka molekul-molekul surfaktan membentuk sebuah monolayer disepanjang antarmuka air dan minyak. Dalam system biner (air/surfaktan atau minyak/surfaktan), penataan sendiri nanostruktur bisa terjadi (Ke-long dkk, 2006).

Penggunaan berbagai metode di atas dalam menghasilkan nanopartikel telah banyak digunakan oleh para peneliti. Akan tetapi metode-metode tersebut memiliki kelemahan. Metode sol gel membutuhkan waktu yang lama untuk pembentukan gelnnya serta bahan dasar yang diperlukan relatif mahal. Metode hidrotermal bekerja pada suhu yang sangat tinggi dan menggunakan banyak pelarut. Metode presipitasi kurang efisien dimana pada proses ini, zat pengotor mengendap bersama-sama endapan yang diinginkan. Metode mikroemulsi kurang efektif dan mengandung banyak pengotor. Di sisi lain metode kimia dianggap lebih baik dalam menghasilkan produk dengan homogenitas yang tinggi (Abdullah dkk, 2008).

Metode lain yang dikembangkan adalah metode elektrokimia. Metode elektrokimia telah banyak digunakan untuk menghasilkan material yang berukuran nano atau nanomaterial. Secara umum metode ini dikenal sebagai metode elektrosintesis. Dewasa ini, salah satu aplikasi metode elektrosintesis yang terus dikembangkan adalah pembuatan berbagai bahan nanopartikel (Natter dkk, 2003).

Allagui dkk, (2011), menggunakan metode elektrodisharge untuk menghasilkan nanopartikel nikel oksida (NiO) dengan menggunakan logam nikel sebagai prekursor. Hasil yang diperoleh yaitu nanopartikel nikel oksida (NiO) dengan ukuran 49-107 nm. Fajaroh dkk, (2010) menghasilkan nanopartikel magnetite menggunakan metode elektrokimia. Dari metode ini diperoleh nanopartikel magnetite dengan ukuran kurang dari 20 nm dan bersimetri bola. Husna, (2011), menggunakan metode elektrokimia untuk sintesis emas nanopartikel dengan menggunakan larutan NaCl pada potensial tinggi dan metode Turkevich dengan zat pereduksi natrium sitrat untuk menghasilkan emas nanopartikel. Budipramana dkk, (2014), menghasilkan nanopartikel nikel hidroksida menggunakan metode elektrokimia pada potensial tinggi. Hasil yang diperoleh yaitu nanopartikel hidroksida dengan ukuran 60 nm.

Dalam penelitian ini digagas untuk mempelajari metode elektrokimia sebagai metode alternatif yang lebih sederhana untuk pembuatan alumina langsung dari logam aluminium. Metode ini dilakukan karena memiliki sejumlah keuntungan dibanding metode konvensional yang dipaparkan di atas. Teknik elektrokimia juga merupakan suatu pendekatan yang lebih baik untuk sintesis nanopartikel logam

karena memiliki suhu pengolahan yang lebih rendah, menggunakan peralatan sederhana, memungkinkan hasil yang dapat dikendalikan, biaya rendah dan menghasilkan produk berkualitas tinggi (Natter dkk, 2003).

1.2 Perumusan masalah

Berdasarkan uraian pada latar belakang di atas, umumnya alumina nanopartikel diperoleh menggunakan berbagai metode dengan penggunaan prekursor diantaranya serbuk aluminium klorida, aluminium nitrat dan aluminium isopropoksida, dimana penggunaan prekursor tersebut memiliki ketersediaan yang terbatas dan ukuran alumina nanopartikel yang dihasilkan tidak dapat dikontrol dengan baik. Sehingga diperlukan metode yang lebih sederhana dengan menggunakan metode elektrokimia untuk mensintesis alumina nanopartikel dengan menggunakan logam aluminium sebagai prekursor dalam mensintesis alumina nanopartikel. Adapun keuntungannya yaitu ukuran nano dari alumina yang dihasilkan dapat dikontrol dengan baik. Akan tetapi konsentrasi larutan elektrolit dan potensial berpengaruh terhadap ukuran alumina nanopartikel yang dihasilkan. Oleh karena itu dilakukan pengamatan terhadap pengaruh konsentrasi larutan elektrolit (NaCl) dan potensial pada metode sintesis ini.

1.3 Tujuan penelitian

Tujuan dari penelitian ini adalah menghasilkan alumina nanopartikel dengan metode elektrokimia yaitu elektrolisis dan mengetahui pengaruh konsentrasi NaCl dan potensial yang digunakan terhadap ukuran nanopartikel yang dihasilkan.

1.4 Manfaat penelitian

Manfaat dari penelitian ini adalah dapat memberikan informasi ilmiah mengenai sintesis alumina nanopartikel dari logamnya dengan metode elektrokimia secara elektrolisis.

BAB II

KAJIAN PUSTAKA DAN DASAR TEORI

2.1 Alumina

Aluminium oksida adalah oksida amfoter dengan rumus kimia Al_2O_3 . Umumnya disebut sebagai alumina atau *korundum* dalam bentuk kristalnya. Penggunaan yang paling signifikan adalah dalam produksi logam aluminium, meskipun juga digunakan sebagai abrasif karena untuk kekerasannya dan sebagai refraktor karena bahan untuk titik lebur yang tinggi. Aluminium oksida memiliki sifat-sifat sebagai berikut:

- Rumus molekul : Al_2O_3
- Berat molekul : 101,96 gr/mol
- Penampilan : Zat padat putih sangat higroskopik
- Bau : Tidak berbau
- Densitas : 3,95-4,1 gr/cm³
- Titik leleh : 2072 °C
- Titik didih : 2977 °C
- Kelarutan dalam air : Larut
- Kelarutan dalam pelarut lain: Larut dalam dietil eter, tidak larut dalam etanol
- Titik nyala : Tidak menyala (Kumar dkk., 2013)

Alumina (Al_2O_3) terdapat sebagai alumina hidrat dan alumina anhidrat. Alumina anhidrat, Al_2O_3 , terdapat dalam bentuk alumina stabil berupa α -alumina dan alumina metastabil yaitu, gamma alumina (γ - Al_2O_3), delta alumina (δ - Al_2O_3), theta alumina (θ - Al_2O_3), kappa alumina (κ - Al_2O_3) dan chi alumina (χ - Al_2O_3), sedangkan hidratnya berada dalam bentuk aluminium hidroksida seperti gibbsite, bayerit, boehmite dan diaspore. Aluminium hidroksida merupakan komponen utama di dalam bauksit, sehingga umumnya aluminium hidroksida dibuat dari bauksit, sedangkan alumina anhidrat dibuat dari dehidrasi aluminium hidroksida. Di alam alumina anhidrat juga terdapat sebagai mineral korundum (Ulyani, 2008).

2.2 Nanopartikel

Nanopartikel dapat didefinisikan sebagai partikel berdimensi tiga, yang memiliki ukuran berskala nanometer, yaitu 1-100 nm (Mohanraj dkk, 2006). Nanopartikel diketahui terdapat dalam bermacam-macam bentuk seperti bola, segitiga, kubus, pentagonal, batang, kerang dan sebagainya. Nanopartikel mengandung beberapa atom atau molekul yang mempunyai sifat sangat berbeda dengan material bulknya. Oleh karena itu, nanopartikel mempunyai sifat elektronik, optik, magnet dan kimia yang berbeda dari materi bulk dan atomnya (Kattumuri, 2006).

Dewasa ini nanoteknologi telah aktif terlibat dalam produksi material berstruktur nano dari pendekatan *bottom up*. Rekayasa material dalam ukuran nano menunjukkan perbedaan sifat yang dipengaruhi oleh mekanika kuantum dibandingkan dalam bentuk bulk. Sebuah ukuran partikel yang lebih kecil memungkinkan luas permukaan yang lebih besar untuk terjadinya tumbukkan molekul dan karenanya meningkatkan laju reaksi (Kumar dkk, 2013).

2.3 Metode Pembuatan Alumina

Dewasa ini telah dikembangkan berbagai cara untuk menghasilkan alumina nanopartikel dengan metode yang berbeda dan dikategorikan dalam metode fisika dan metode kimia. Metode fisika meliputi *mechanical milling* (Wu, 2001), *laser ablation* (Al-Mamun dkk, 2012), dan *flamne spray* (Tok dkk, 2006). Metode kimia meliputi *sol-gel processing* (Rogajan dkk, 2011), *solution combustion decomposition* (Pathak dkk, 2002) dan *vapour deposition* (Han dkk, 2011). Kebanyakan dari metode fisika di atas berlaku hanya pada material tertentu saja serta ukuranpartikel nano tidak dapat dikontrol dengan baik, sehingga metode kimia dianggap lebih baik dalam menghasilkan produk dengan homogenitas yang tinggi (Natter dkk, 2003).

Mirjalili dkk, (2011) mempelajari pembuatan alumina dari bahan baku aluminium isopropoksida (AIP) dan nonahydrate aluminium nitrat (AlN) sebagai template, Sodium bis-2ethylhexyl sulfosuccinate (Na(AOT)) dan Sodium dodecylbenzen sulfonat (SDBS) sebagai surfaktan, menggunakan metode sol-gel.

Proses metode sol gel dalam penelitian ini dimulai dengan menyiapkan larutan dengan cara mencampur 0,5 M aluminium nitrat dengan aluminium isopropoksida secara bertahap hingga rasio molar aluminium isopropoksida dan aluminium nitrat mencapai 3, lalu campuran diaduk hingga homogen. Larutan yang terbentuk diaduk dengan perbedaan waktu, 24, 36, 48, dan 60 jam, setelah itu ditambahkan Sodium bis-2ethylhexyl sulfosuccinate dan Sodium sulfonat dodecylbenzen (SDBS), kemudian larutan diaduk selama 1jam. Larutan dipanaskan hingga 60°C dan diaduk terus-menerus selama proses penguapan hingga membentuk gel. Gel kemudian dipanaskan pada 90 °C selama 8 jam. Gel kering kemudian dikalsinasi pada suhu kisaran 1000-1200 °C, dan digerus menggunakan mortar dan pastel. Sampel alumina yang diperoleh dari metode sol gel tersebut dikarakterisasi menggunakan XRD, TGA, DSC, FTIR, TEM dan SEM.. Hasil XRD menunjukkan bahwa fasa paling stabil dari alpha alumina adalah pada suhu 1200 °C. Hasil TGA menunjukkan bahwa terjadi penurunan berat pada suhu dibawah 400 °C sebesar 3-4% dan pada suhu 400-750 °C sebesar 1%. Hasil DSC menunjukkan bahwa fasa gama alumina mulai terbentuk pada suhu 420 °C, fasa alfa alumina mulai terbentuk pada suhu 1035 °C. Hasil FTIR menunjukkan bahwa kedua surfaktan diserap oleh nanoalumina. Hasil TEM menunjukan perbedaan waktu pengadukan mempengaruhi ukuran dan bentuk partikel. Meningkatnya waktu pengadukan dari 24 ke 48 jam dapat menurunkan ukuran dari partikel, tetapi pada waktu pengadukan 60 jam terjadi pembentukan agregasi. Ukuran partikel α -alumina yang terbentuk sekitar 20-30 nm pada waktu pengadukan 48 jam. Hasil SEM menunjukkan bahwa semakin banyak surfaktan yang digunakan, semakin kecil ukuran partikel alumina yang dihasilkan.

Tok dkk, (2006) mempelajari pembentukan alumina dengan metode *flamespray pyrolysis* menggunakan bahan baku anhidrous $AlCl_3$ sebagai prekursor, dan melaporkan bahwa alumina yang dihasilkan mempunyai partikel dengan ukuran nano. Proses pembuatan alumina dengan metode *flame spray* dimulai dengan menyuntikan bubuk $AlCl_3$ ke pistol api menggunakan pemanasan *chamber* gas nitrogen dengan suhu 300°C. Dilakukan pirolisis pada suhu di bawah 2000°C untuk mendapatkan nanoalumina, yang selanjutnya dikalsinasi pada suhu 1100°C

selama 2 jam secara bertahap dengan kenaikan suhu $10^{\circ}\text{C}/\text{menit}$ untuk menghilangkan air dan mengubah alumina menjadi kristal sempurna. Alumina yang dihasilkan dikarakterisasi menggunakan DSC, XRD, dan TEM. Karakterisasi dengan DSC menunjukkan bahwa pada suhu 760°C terjadi perubahan fasa $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ menjadi $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$. Hasil penelitian juga menunjukkan bahwa untuk mengubah seluruh $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ menjadi $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ sampel perlu dikalsinasi pada suhu di atas 1000°C . Karakterisasi sampel dengan XRD menunjukkan bahwa sebelum kalsinasi sampel terdiri dari campuran $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ dan $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ dan setelah dikalsinasi pada suhu 1100°C , hasil XRD menunjukkan bahwa sampel merupakan $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ murni, dalam arti tidak mengandung $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ lagi. Karakterisasi dengan TEM menunjukkan bahwa sampel sebelum kalsinasi memiliki ukuran partikel adalah 10-30 nm, sementara setelah dikalsinasi pada suhu 1100°C ukuran sampel menjadi 50-100 nm. Perubahan ukuran partikel ini mengindikasikan bahwa tiga dan empat butir tumbuh menjadi satu partikel fasa alfa alumina setelah kalsinasi dan bentuk partikelnya menjadi lebih bulat dari sebelum dikalsinasi.

Al-Mamun dkk, (2012) mempelajari pembentukan alumina dengan metode *laser ablation* menggunakan bahan baku kristal corondum, dan melaporkan bahwa alumina yang dihasilkan mempunyai partikel dengan ukuran nano. Proses metode *laser ablation* dimulai dengan menyiapkan target kristal korondum iradiasi yang memiliki dimensi $10\text{mm} \times 10\text{mm} \times 4\text{mm}$ dengan kemurnian 99,9%. Semua percobaan ablasi dilakukan pada suhu kamar pada tekanan atmosfer dalam air suling, menggunakan pembangkit sinar laser *Low Power Thermal Sensor* (Ophir; Model 7Z01560) yang dilengkapi dengan laser power meter (Ophir Vega Model). Target kristal ditempatkan dalam wadah berisi 20 ml air suling, dan dilengkapi dengan pemusing listrik dengan kecepatan rotasi 0-100 rpm. Dalam percobaan, kecepatan rotasi yang digunakan adalah 40 rpm. Tujuan rotasi adalah untuk memastikan sampel dikenai iradiasi secara seragam dan menggerakkan air untuk mendorong difusi partikel alumina yang dihasilkan. Sinar laser mengenai target dengan sudut yang diatur menggunakan bantuan kaca, dan iradiasi dilangsungkan selama 1-2 jam. Setelah alat dan bahan telah siap kemudian dilakukan pengukuran daya laser. Pengukuran ini dilakukan sebelum dan sesudah percobaan dan titik

pengukuran berada di bawah lensa setelah dikenai cahaya laser. Pengukuran ini dilakukan untuk memastikan jumlah daya laser yang sebenarnya bertabrakan dengan target yang berbeda dari jumlah daya laser yang dipancarkan dari sumber karena sinar laser sebelumnya telah mengenai cermin dan udara atau debu. Sampel alumina yang diperoleh dikarakterisasi menggunakan XRD, TEM dan SEM. Hasil karakterisasi dengan XRD dan TEM menunjukkan bahwa yang dihasilkan adalah α -Al₂O₃ dengan ukuran partikel 9,3 nm. Sedangkan hasil SEM menunjukkan bahwa perlakuan sintering mempengaruhi ukuran sampel dan bentuk partikel dari sampel alumina yang dihasilkan, semakin tinggi suhu sintering maka ukuran partikel semakin besar dan bentuknya semakin bulat.

Pathak dkk, (2002) mempelajari pembuatan alumina dengan metode *combustionsynthesis* dengan bahan baku aluminium nitrat dan asam sitrat dengan pH yang berbeda. Proses pembuatan alumina dengan metode ini dimulai dengan membuat larutan induk yang terdiri dari campuran larutan aluminium nitrat dengan asam sitrat, selanjutnya campuran dinetralkan (pH 7) dengan menggunakan amonia. Untuk percobaan, dari larutan induk dibuat larutan dengan pH yang berbeda, yakni 2, 4, 6 dan 10 dengan menambahkan larutan amonia atau larutan asam nitrat. Kemudian larutan yang telah terbentuk dipanaskan sampai kering menggunakan sinar inframerah, yang diarahkan dari bagian atas larutan, hingga diperoleh gel berwarna hitam kering, dan akhirnya berubah menjadi alumina berupa serbuk halus dalam bentuk menyerupai busa. Sampel alumina yang terbentuk dari metode ini dikarakterisasi menggunakan TEM, XRD dan TGA. Dari hasil analisis dengan TEM menunjukkan bahwa sampel alumina yang diperoleh memiliki ukuran partikel 1 μ m. Dari hasil karakterisasi menggunakan XRD diketahui bahwa sampel yang dikalsinasi pada suhu 700°C membentuk fasa delta dan gamma alumina, dan pada suhu 1200 °C membentuk fasa tunggal alfa alumina. Hasil analisis dengan TGA menunjukkan bahwa puncak endotermik muncul pada suhu 300°C dan puncak eksotermik muncul pada suhu 470°C.

Hosseini dkk, (2011) memproduksi gamma alumina (γ -Al₂O₃) dari kaolin. Bubuk kaolin dikalsinasi pada suhu 800°C selama 2 jam dalam tanur listrik untuk melonggarkan komponen alumina. Lalu, bubuk kaolin dicampurkan dengan larutan

H₂SO₄. Campuran bubuk kaolin dan asam (250 mL) dimasukkan ke dalam labu reaksi 500 mL. Labu reaksi dilengkapi dengan pendingin refluks, dan campuran dicampur dengan pengaduk magnetik selama 18 jam. Suhu pada saat pencampuran berlangsung adalah 70°C. Setelah campuran kaolin dan asam telah tercampur, selanjutnya larutan didinginkan sampai suhu kamar dan disaring untuk menghilangkan residu, yang terdiri dari silika. Larutan tersebut kemudian ditetesi dengan larutan etanol 6,0 mL/menit hingga larutan mencapai 600 mL sambil terus diaduk dengan pengaduk magnetik. Endapan dicuci lagi dengan etanol dan dengan air suling kemudian dikeringkan pada suhu 70 °C selama 10 jam. Endapan dikalsinasi pada 900°C selama 2 jam dalam tanur listrik. Sampel yang dihasilkan dari metode ini kemudian dikarakterisasi menggunakan XRD, FTIR, dan SEM. Hasil analisis dengan XRD menunjukkan bahwa fasa gamma alumina terbentuk pada suhu 900 °C dengan lama kalsinasi selama 2 jam. Hasil analisis dengan FTIR menunjukkan bahwa fasa yang terbentuk adalah fasa gamma alumina. Hasil analisis dengan SEM menunjukkan bahwa ukuran sampel alumina yang terbentuk adalah 0,5-0,9 µm.

2.4 Elektrokimia

Metode elektrokimia adalah metode yang didasarkan pada reaksi redoks, yakni gabungan dari reaksi reduksi dan oksidasi, yang berlangsung pada elektroda yang sama atau berbeda dalam suatu sistem elektrokimia. Sistem elektrokimia meliputi sel elektrokimia dan reaksi elektrokimia. Sel elektrokimia yang menghasilkan listrik karena terjadinya reaksi spontan di dalamnya disebut sel galvanik. Sedangkan sel elektrokimia di mana reaksi tak-spontan terjadi di dalamnya disebut sel elektrolisis. Peralatan dasar dari sel elektrokimia adalah dua elektroda yang umumnya konduktor logam yang dicelupkan ke dalam elektrolit konduktor ion (yang dapat berupa larutan maupun cairan) dan sumber arus. Karena didasarkan pada reaksi redoks, pereaksi utama yang berperan dalam metode ini adalah elektron yang di pasok dari suatu sumber listrik. Sesuai dengan reaksi yang berlangsung, elektroda dalam suatu sistem elektrokimia dapat dibedakan menjadi katoda, yakni

elektroda di mana reaksi reduksi (reaksi katodik) berlangsung dan anoda di mana reaksi oksidasi (reaksi anodik) berlangsung (Wang, 2006).

Metode elektrokimia telah banyak digunakan untuk menghasilkan material yang berukuran nano atau nanomaterial. Secara umum metode ini dikenal sebagai metode elektrosintesis. Teknik atau metode elektrosintesis adalah suatu cara untuk mensintesis atau membuat dan atau memproduksi suatu bahan yang didasarkan pada teknik elektrokimia. Pada metode ini terjadi perubahan unsur atau senyawa kimia menjadi senyawa yang sesuai dengan yang diinginkan. Penggunaan metode ini oleh para peneliti dalam mensintesis bahan didasarkan oleh berbagai keuntungan yang ditawarkan seperti peralatan yang diperlukan sangat sederhana, yakni terdiri dari dua atau tiga batang elektroda yang dihubungkan dengan sumber arus listrik, potensial elektroda dan rapat arusnya dapat diatur sehingga selektivitas dan kecepatan reaksinya dapat ditempatkan pada batas-batas yang diinginkan melalui pengaturan besarnya potensial listrik serta mudah dikontrol. Dari keuntungan yang ditawarkan menyebabkan teknik elektrosintesis lebih menguntungkan dibandingkan metode sintesis secara konvensional, yang sangat dipengaruhi oleh tekanan, suhu, katalis dan konsentrasi (Natter dkk, 2003).

Dewasa ini, salah satu aplikasi metode elektrosintesis yang terus dikembangkan adalah pembuatan berbagai bahan nanopartikel. Fajaroh, dkk (2010) menghasilkan nanopartikel magnetite menggunakan metode elektrokimia. Dari metode ini diperoleh nanopartikel magnetite dengan ukuran 20 nm dan bersimetri bola. Walaupun dari analisis XRD diketahui bahwa hasil sintesis masih mengandung *impurities* FeOOH yang merupakan fase antara pada pembentukan magnetite, namun satu hal penting yang patut dikedepankan adalah bahwa hasil sintesis tersebut bebas surfaktan, karena tidak ditambahkan surfaktan pada proses sintesis seperti pada kebanyakan metode sintesis lainnya. Pada tahun 2006, sintesis emas nanopartikel dengan teknik elektrokimia dilakukan oleh Huang, dkk. Pada penelitian tersebut digunakan elektroda plat emas sebagai anoda dan plat platina sebagai katoda dengan ukuran 30 x 10 x 0,5 mm. kedua elektroda dimasukkan dalam taung reaksi dan diletakan secara vertical dan saling berhadapan, keduanya dipisah oleh suatu Teflon berjarak 0,5 cm. Pada proses elektrolisis digunakan

power supply dengan arus 5 mA. Larutan elektrolit yang digunakan adalah aseton dan dua larutan surfaktan kation yaitu 3 mL desiltrimetilamonium bromida (CTAB) dan 25,2 mg tetradeciltrimetilamonium bromida (TTAB) kemudian ditambahkan 0,95 mL larutan aseton. Proses elektrolisis dilakukan pada suhu konstan 36 °C dan dengan arus 5 mA. Dari metode elektrolisis ini dihasilkan emas *nanocubic* dengan ukuran 30 nm dan emas nanodumbbell dengan ukuran 10-20 nm. Bentuk emas nanopartikel yang diperoleh tersebut bergantung pada laju reaksi injeksi larutan aseton.

Dalam penerapannya, proses elektrokimia diketahui dipengaruhi oleh berbagai faktor, di antaranya adalah pH dan potensial. Sebagai contoh Araoyinbo dkk,(2010) menggunakan metode elektrokimia melalui proses anodisasi untuk memproduksi *nanopore aluminium okside* dengan ukuran nano. Potensial yang digunakan selama proses elektrokimia adalah 20V- 80V. Dari penelitian tersebut diketahui bahwa besarnya potensial yang digunakan dalam proses elektrokimia mempengaruhi ukuran partikel dan film alumina yang terbentuk. Hasil dari karakterisasi FE-SEM menunjukkan pada potensial 20V diperoleh ukuran partikel sebesar 55 nm dan rapat arus (*current density*) 2A/cm²-4A/cm². Pada potensial 40V diperoleh ukuran partikel sebesar 95 nm dan *current density* 4A/cm²-6A/cm². Pada potensial 60V diperoleh ukuran partikel sebesar 125 nm dan *current density* 6A/cm²-8A/cm². Pada potensial 80V diperoleh ukuran partikel sebesar 240 nm dan *current density* 8A/cm²-10A/cm².

Basuki dkk, (2009), memproduksi serbuk itrium dengan metode elektrolisis (elektrokimia) dengan variasi pH (4, 5, dan 6) dan variasi potensial (5-10V). Hasil penelitian tersebut menunjukkan bahwa semakin besar potensial dan pH yang digunakan maka kadar itrium dan berat itrium yang dihasilkan akan semakin besar dan sebaliknya.

Pada tahun 2011, Husna menggunakan metode elektrokimia untuk sintesis emas nanopartikel dengan menggunakan larutan NaCl pada potensial tinggi dan metode Turkevich dengan zat pereduksi natrium sitrat untuk menghasilkan emas nanopartikel. Pada penelitian ini, Husna melakukan variasi konsentrasi NaCl yaitu 0,01; 0,02; 0,03; 0,04 M dan variasi konsentrasi natrium sitrat secara berurutan

antara 0,1-1 M dan diamati tiap kenaikan 0,1 M. Koloid emas nanopartikel yang diperoleh dari beberapa proses elektrolisis dengan variasi konsentrasi NaCl tersebut didiamkan selama 5 jam dengan tujuan supaya suhu koloid sama dengan suhu ruangan kemudian dikarakterisasi dengan Uv-Vis untuk mengetahui nilai absorbansi dan panjang gelombangnya. Hal sama pula dilakukan pada variasi konsentrasi natrium sitrat. Berdasarkan hasil yang diperoleh bahwa ada pengaruh dari variasi konsentrasi NaCl dan natrium sitrat terhadap emas nanopartikel yang dihasilkan. Semakin besar konsentrasi NaCl semakin besar pula ukuran nanopartikelnya, sedangkan jumlah emas nanopartikel dalam koloid yang paling banyak dihasilkan dari sintesis menggunakan konsentrasi NaCl 0,02 M. Konsentrasi natrium sitrat yang semakin besar diperoleh ukuran nanopartikel yang semakin kecil dan jumlah nanopartikel yang semakin banyak. Namun keadaan ini diperoleh hingga konsentrasi natrium sitrat 0,4 M. Apabila konsentrasi natrium sitrat dinaikkan maka koloid emas nanopartikel tidak stabil dan terjadi pengendapan.

Budipramana dkk, (2014), menggunakan metode elektrokimia untuk menghasilkan nanopartikel nikel hidroksida. Proses elektrolisis ini menggunakan logam nikel (kawat) sebagai katoda dan anoda yang dilakukan pada potensial tinggi yaitu 10 V; 15 V; 20 V; 25 V; 30 V; 40 V; 45 V; 50 V dan 55 V. Pada penelitian ini, Budipramana menggunakan natrium sitrat sebagai agen pereduksi dengan variasi konsentrasi 0,1 M; 0,2 M; 0,3 M; 0,4 M dan 0,5 M. Proses reaksi berlangsung selama 30 menit sampai terjadi perubahan warna larutan menjadi hijau. Larutan hasil elektrolisis dikarakterisasi dengan UV-Vis, FT-IR, XRD dan HR-TEM. Hasil penelitian ini diperoleh nanopartikel nikel hidroksida dengan ukuran 60 nm.

Atas dasar ini, dalam penelitian ini serangkaian percobaan akan dilakukan pada konsentrasi elektrolit dan potensial yang berbeda, untuk melihat pengaruhnya terhadap karakteristik alumina yang dihasilkan serta kaitannya dengan perubahan fasa dan konduktivitas termal alumina yang dihasilkan.

2.5 Karakterisasi Alumina

Seperti telah dijelaskan sebelumnya, alumina ditemukan dalam tiga fasa, dan atas dasar ini, alumina pada umumnya dikarakterisasi dengan teknik X-Ray Diffraction. Di samping fasa, karakteristik penting lainnya adalah gugus fungsi yang terkandung dalam alumina yang dapat diketahui melalui analisis sampel dengan FTIR dan ukuran partikel dapat dievaluasi menggunakan Zetasizer. Salah satu penggunaan alumina adalah sebagai isolator panas, sehingga konduktivitas panas merupakan sifat alumina yang juga harus ditentukan.

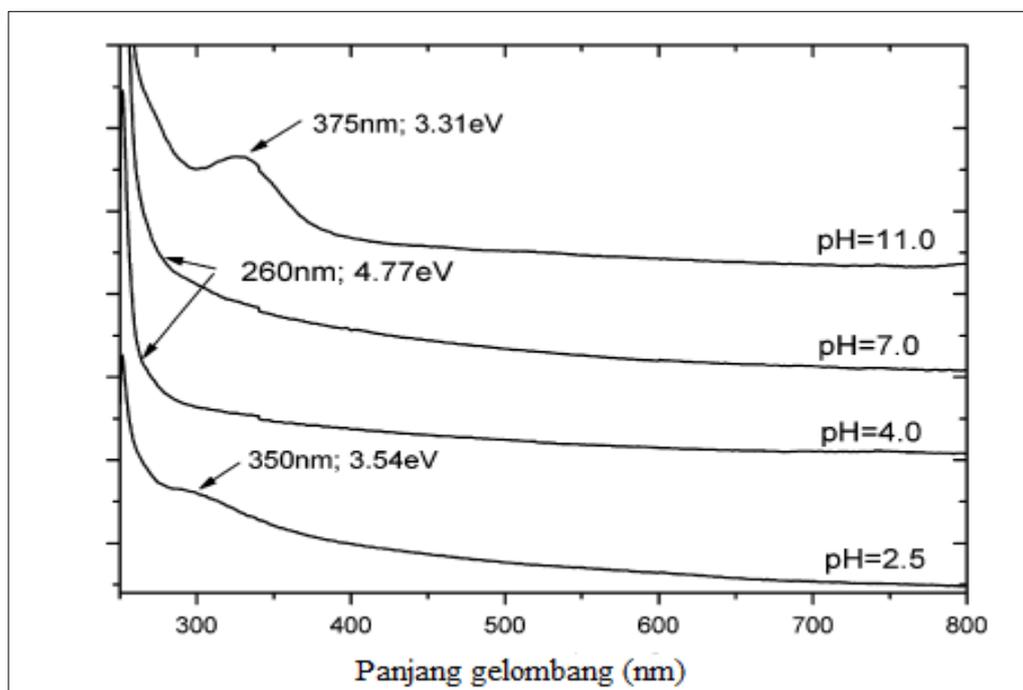
2.5.1 Spektroskopi Ultraviolet-Visible (UV-Vis)

Teknik spektroskopi UV-Vis berdasarkan pada interaksi radiasi elektromagnetik pada suatu benda. Elektron-elektron dalam atom atau molekul dapat mengalami eksitasi dari suatu tingkat energi ke tingkat energi yang lain dengan menyerap radiasi elektromagnetik. Transisi elektron dari suatu tingkat energi ke tingkat energi yang lain hanya terjadi jika energi radiasi sama dengan selisih energi antara dua tingkat. Tingkat energi elektronik bervariasi antara suatu atom atau molekul dengan yang lainnya (Husna, 2011).

Mahmoud (2014), memproduksi alumina nanopartikel dengan menggunakan metode pulsed laser ablation dalam media air deionisasi. Salah satu pengujian karakterisasi alumina nanopartikel yaitu dengan spektroskopi Uv-Vis. Adapun perbedaan spektrum radiasi dari kedua variasi sampel yang dipengaruhi oleh perbedaan konsentrasi dalam suspensi. Berdasarkan hukum Lambert-Beer, nilai absorbansi berbanding lurus dengan konsentrasi sehingga tingginya konsentrasi nanopartikel meningkatkan pula absorbansinya. Hasil yang diperoleh yaitu adanya serapan pada panjang gelombang maksimum untuk masing-masing sampel pada daerah panjang gelombang 210 dan 225 nm dimana ukuran nanopartikel yang diperoleh masing-masing sebesar 60 dan 75 nm.

Al-Mamun dkk, (2012) mempelajari pembentukan alumina dengan metode *laser ablation* menggunakan bahan baku kristal corundum. Dari hasil karakterisasi dengan Uv-Vis untuk sintesis nanopartikel dengan variasi pH, 2,5; 3,0; 10,0 dan 11,0 ditunjukkan pada Gambar 2.1. Dari gambar terlihat tingginya pita energi gap Al_2O_3

(9,5 eV) yang menunjukkan penyerapan disekitar panjang gelombang 130 nm, yang berada di luar jangkauan spektrum Uv-Vis. Kemudian tidak ada puncak serapan yang terbentuk pada pH larutan sedang (pH =4.0 dan 7.0). Menariknya, dalam larutan alkali kuat (pH =11,0), terlihat puncak serapan pada daerah 330 nm (3,75 eV), sedangkan dalam larutan asam kuat (pH =2,5), terlihat adanya puncak lemah dan luas di daerah 300 nm (4.13 eV). Hal tersebut bisa disebabkan adanya zat pengotor.



Gambar 2.1. Gambar spektrum serapan UV-Vis larutan koloid yang mengandung nanopartikel pada nilai pH larutan yang berbeda.

2.5.2 Difraksi Sinar- X (X-Ray Diffraction)

Metode *X-Ray Diffraction* (XRD) merupakan suatu metode analisis kualitatif yang memberikan informasi mengenai kekristalan suatu mineral tertentu. Hal ini dikarenakan setiap mineral mempunyai pola difraktogram yang karakteristik dan khas. Kristalinitas sampel dilihat dari tampilan pola difraktogramnya. Difraktogram yang memiliki pola pemisahan puncak-puncak yang jelas dan intensitas ketajaman puncaknya tinggi memiliki kristalinitas yang baik (Irawati dkk, 2013).

Secara umum teknik difraksi sinar-x digunakan untuk mengetahui kristalinitas dari suatu bahan seperti logam, keramik, polimer, dan komposit, dalam arti apakah suatu material memiliki fasa amorf atau kristal. Untuk bahan kristal, teknik ini juga menghasilkan informasi tentang struktur kristal, berupa parameter kisi dan jenis struktur. Penentuan struktur kristal dengan teknik sinar x didasarkan pada hukum Bragg, yang secara matematis dinyatakan dengan:

$$n \lambda = 2 d \sin \theta$$

keterangan :

n bilangan bulat 1, 2, 3..., dst

λ adalah panjang gelombang sinar-x

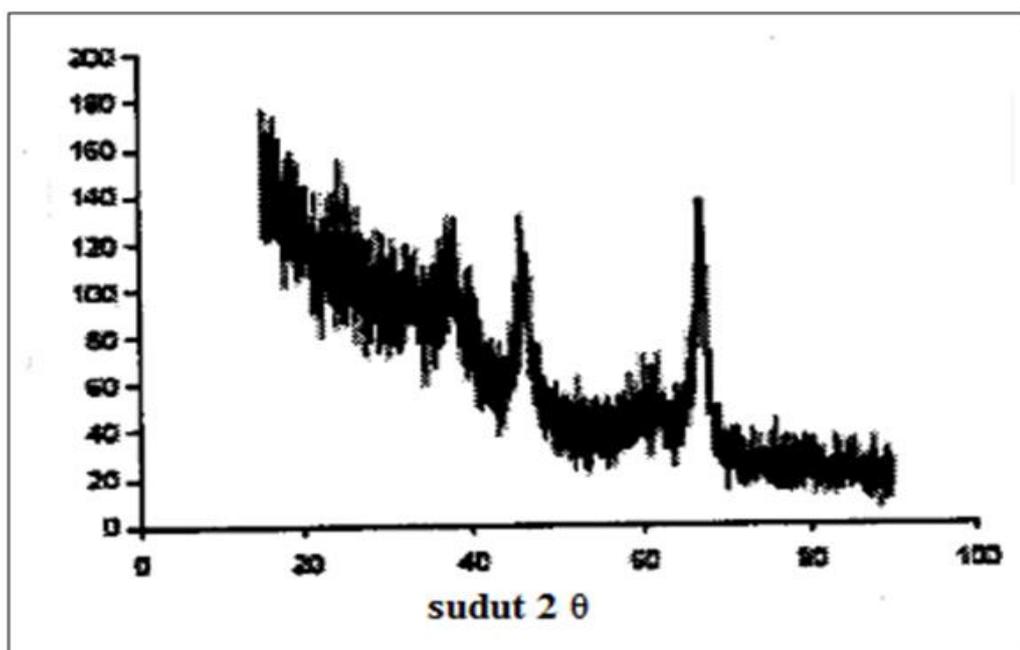
d adalah jarak antar bidang

θ adalah sudut difraksi.

Hukum Bragg menyatakan bahwa perbedaan lintasan berkas difraksi sinar-x harus merupakan kelipatan panjang gelombang. Secara umum pada proses difraksi sinar-x, apabila suatu bahan dikenai sinar-x maka intensitas sinar-x yang ditransmisikan lebih kecil dari intensitas sinar datang. Hal ini disebabkan adanya penyerapan oleh bahan dan juga penghamburan oleh atom-atom dalam material tersebut. Berkas sinar yang dihantarkan tersebut ada yang saling menghilangkan karena fasenya berbeda dan ada juga yang saling menguatkan karena fasenya sama. Berkas sinar-x yang saling menguatkan disebut sebagai berkas difraksi. Persyaratan yang harus dipenuhi agar berkas sinar-x yang dihamburkan merupakan berkas difraksi inilah yang kemudian dikenal sebagai Hukum Bragg. Telah banyak penelitian yang menggunakan XRD sebagai alat karakterisasi yang digunakan untuk mempelajari perubahan fasa dari suatu material (Ulyani, 2008).

Pradana, dkk (2008), melaporkan sintesis gamma alumina menggunakan metode presipitasi dengan bahan baku tawas dan presipitator berupa urea, ammonium hidroksida dan ammonium karbonat. Temperatur kalsinasi divariasikan pada 550, 650 dan 750 °C. Waktu kalsinasi divariasikan pada 5 dan 10 jam. Kondisi optimum dicapai pada temperatur kalsinasi 750 °C selama 10 jam. Dari percobaan ini didapatkan bahwa gamma alumina dengan struktur kristal terbaik diperoleh dari presipitator ammonium karbonat. Hal ini ditunjukkan oleh puncak-puncak difraksi

yang sudah cukup tajam terutama pada sudut difraksi 2θ sebesar 37° , 45° , 65° dan 66° . Hasil karakterisasi XRD pembentukan alumina dapat dilihat pada Gambar 2.2.

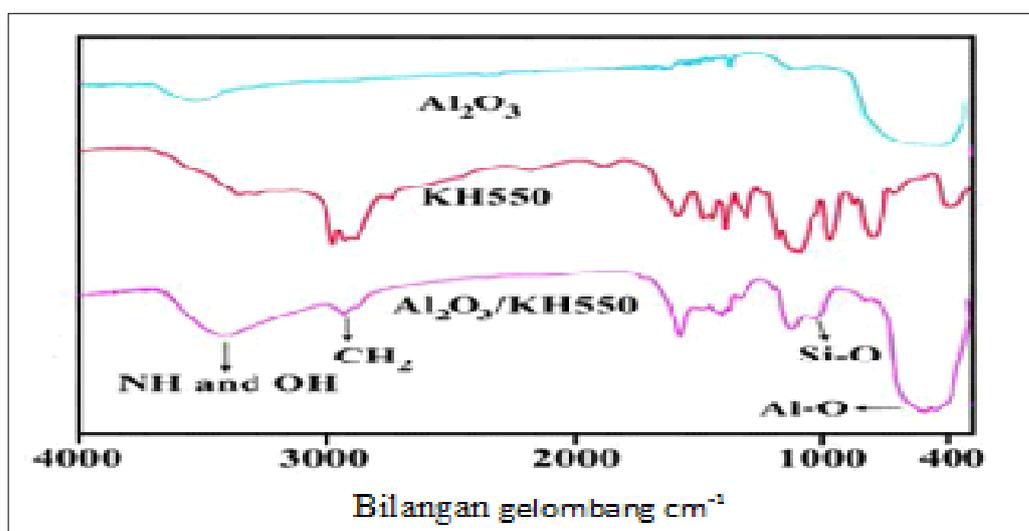


Gambar 2.2. Gambar Hasil XRD gamma alumina dengan presipitator ammonium karbonat pada temperature kalsinasi 750°C dan waktu kalsinasi 10 jam.

2.5.3 *Fourier Transform Infrared (FTIR)*

Pada umumnya sifat-sifat alumina juga sangat ditentukan oleh sejumlah karakteristiknya. Salah satu sifat mendasar alumina adalah gugus fungsi, yang dapat diketahui melalui analisis sampel dengan *Fourier Transform Infrared (FTIR)*. Metode FTIR pada prinsipnya adalah teknik spektroskopi yang didasarkan pada terjadinya vibrasi molekul akibat penyerapan energi, yang dalam hal ini adalah sinar infra merah. Penyerapan energi ini akan mengakibatkan molekul (gugus fungsi) bervibrasi dengan berbagai cara yakni, vibrasi ulur (*stretch*) meliputi vibrasi ulur simetri dan vibrasi ulur asimetri. Selain itu terdapat vibrasi bengkokan (*bending*) meliputi vibrasi goyangan (*rocking*), guntingan (*scissoring*), kibasan (*wagging*) dan vibrasi pelintiran (*twisting*) (Sastrohamidjojo, 2001). Jenis vibrasi ini tergantung pada energi ikat dalam suatu gugus fungsi, sehingga akan memberi sinyal pada tingkat atau besaran energi yang berbeda, yang dalam FTIR dinyatakan dalam bentuk bilangan gelombang. Dengan sifatnya tersebut, FTIR dapat

memberikan informasi tentang jenis gugus fungsi dalam sebuah senyawa, termasuk alumina. Pemanfaatan teknik FTIR untuk mempelajari fungsionalitas alumina telah dilaporkan dalam penelitian yang dilakukan oleh Zivar dkk, (2012) yang menyatakan bahwa sampel nanopartikel alumina dan modifikasi permukaan nanopartikel memiliki gugus fungsi seperti yang ditunjukkan dalam Gambar 2.3.



Gambar 2.3. Hasil FTIR nanopartikel alumina dan modifikasi permukaan nanopartikel alumina (Zivar dkk, 2012).

Gambar 2.3. menunjukkan bahwa sampel nanopartikel alumina terdiri dari gugus fungsi asam amic dan grup karboksil pada bilangan gelombang 2600-3500 cm^{-1} , C-N pada bilangan gelombang 1770 cm^{-1} , C-O pada bilangan gelombang 1720 cm^{-1} , C-N pada bilangan gelombang 1373 cm^{-1} , Al-O-Al pada bilangan gelombang 400-800 cm^{-1} .

2.5.4 Particle Size Analyser (zetasizer)

Zetasizer nano range merupakan rangkaian instrument yang mempunyai kemampuan untuk mengukur tiga karakteristik partikel atau molekul dalam medium cair. Ketiga parameter dasar ini adalah ukuran partikel, potensial zeta dan berat molekul. Dengan menggunakan teknologi ini dalam system *zetasizer*, parameter-parameter tersebut dapat diukur dalam berbagai konsentrasi. Zetasizer ini juga

memungkinkan untuk menentukan titik lebur dari protein ditambah lagi kemampuan untuk melakukan pengukuran dalam ukuran yang sangat kecil. Zetasizer dilengkapi dengan optik dan program untuk pengukuran dilengkapi juga dengan pengontrol suhu. Adapun parameter lain dalam zetasizer ini yaitu pH dan konsentrasi.

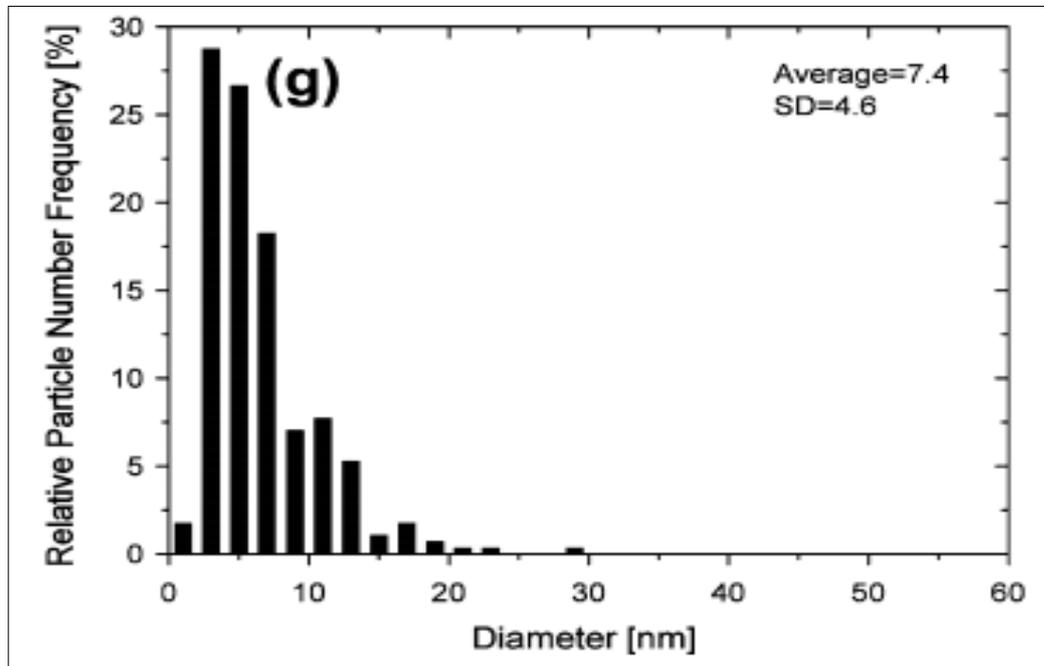
Sistem zetasizer menentukan ukuran dengan terlebih dahulu mengukur gerakan brown partikel dalam sampel menggunakan DLS (*Dinamic Light Scattering*) dan kemudian menginterpretasi ukuran dengan menggunakan teori yang ditetapkan. Gerakan brown didefinisikan sebagai gerakan acak dari partikel dalam cairan karena pelembaran atau tumbukkan oleh molekul yang mengelilinginya. Partikel dalam larutan secara acak dan kecepatan gerak mereka ini digunakan untuk menentukan ukuran partikel. Dapat diketahui bahwa partikel kecil bergerak secara cepat dalam cairan sedangkan partikel besar secara perlahan.

Dalam sistem zetasizer memiliki komponen penting yang terdiri dari laser, serangkaian detector dan system penyajian sampel. Laser merupakan sumber cahaya yang koheren dari panjang gelombang yang tetap. Rangkaian detektor digunakan untuk mengukur pola cahaya yang dihasilkan melalui berbagai sudut. Kemudian penyajian sampel untuk memastikan materi yang diuji melewati sinar laser sebagai aliran yang homogen.

Pada prinsipnya difraksi sinar laser partikel size analyser bergantung pada fakta bahwa partikel melewati sinar laser akan menghamburkan cahaya pada sudut tertentu yang secara langsung berkaitan dengan ukuran. Partikel besar menghamburkan cahaya pada sudut yang sempit dengan intensitas yang tinggi sedangkan partikel kecil tersebar pada sudut yang luas tetapi dengan intensitas yang rendah (Malvern, 2004).

Al-Mamun, dkk (2012) mempelajari pembentukan alumina nanopartikel dengan menggunakan metode laser ablation menggunakan bahan baku Kristal korondum. adapun pengaruh besar kecilnya Ph terhadap distribusi ukuran partikel. Pada penelitian ini menggunakan variasi pH 2,5; 3,0; 4,0; 9,0; 10,0 dan 11,0. Hasil pengujian ukuran partikel dengan instrument Particle Size analyser (Zetasizer) diperoleh hasil ukuran partikel terkecil terdapat pada pH 11,0 dengan ukuran rata-

rata partikel 7,4 nm dan standar deviasi 4,6 nm. Hasil karakterisasi ukuran partikel alumina yang terbentuk dapat dilihat pada Gambar 2.4.



Gambar 2.4 Hasil Analisis ukuran partikel alumina yang terbentuk dengan metode laser ablation pada nilai pH 11.

BAB III

METODE PENELITIAN

3.1 Alat dan Bahan

3.1.1 Alat

Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini meliputi:

Peralatan gelas (gelas kimia 500 ml, labu ukur 10 ml dan 100 ml, gelas ukur 10 ml dan 100 ml, pipet tetes, kaca arloji, dan lain-lain). Neraca analitik Ohaus, power supply, pemanas (*hot plate*), penjepit, kuvet, magnetik stirer, kabel *heat shrink*. Instrument yang digunakan adalah Uv-Vis *double beam* MAPADA (model UV-6100PC) dan *particle size analyser* (*zetasizer*).

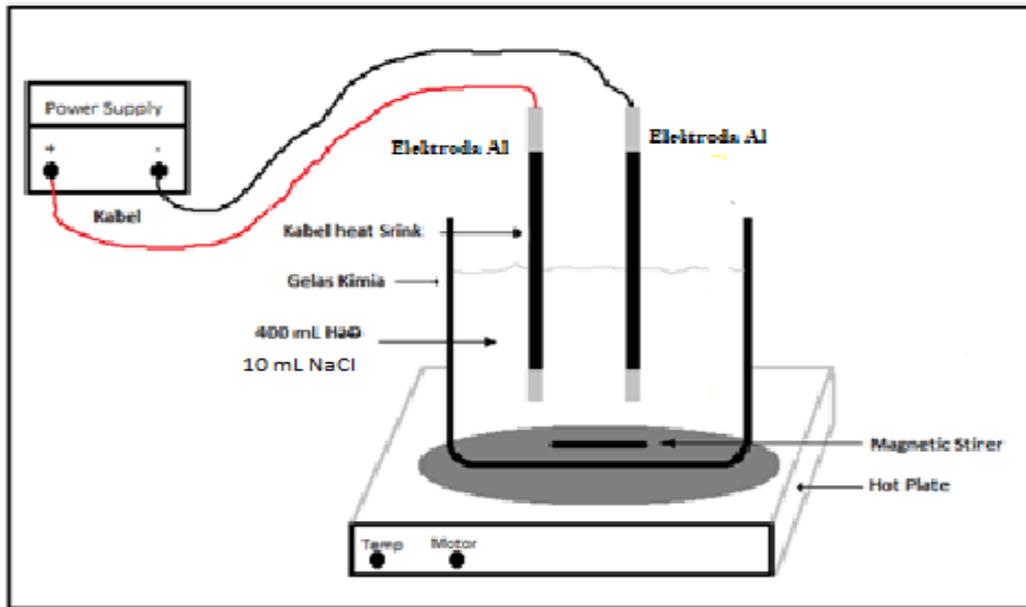
3.1.2 Bahan

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini antara lain logam aluminium (95,96%) (PT. Panca Logam), aqua DM (brataco), NaCl.

3.2 Prosedur Kerja

3.2.1. Pembuatan Sel Elektrolisis

Untuk sintesis alumina nanopartikel secara elektrokimia dalam penelitian ini, digunakan seperangkat sel elektrolisis dengan dua lempeng logam aluminium sebagai elektroda pada anoda dan katoda. Logam aluminium yang dipakai mula-mula di potong dengan panjang 10 cm x 2 cm, dan di buat garis 2 cm pada ujung aluminium untuk direkatkan pada kabel *heat shrink*. Bahan elektrolit yang digunakan adalah larutan NaCl. Skema sel elektrolisis ditunjukkan dalam Gambar 3.1.



Gambar 3.1. Skema sel elektrolisis dalam sintesis nanopartikel alumina

3.2.2 Pengaruh Konsentrasi NaCl Untuk Sintesis Nanopartikel Alumina

Langkah kerja dalam penelitian ini yaitu menyiapkan dua elektroda aluminium kemudian ditimbang masing-masing massanya. Elektroda aluminium dihubungkan ke penghantar positif dan negatif dari power supply dengan potensial 50 Volt. Kedua elektroda tersebut dicelupkan ke dalam gelas kimia yang berisi 400 mL air mendidih. Lalu ditambahkan 10 ml larutan NaCl 0.1 M. Pada penelitian ini digunakan *magnetic stirrer* untuk pengadukan selama proses elektrolisis berlangsung. Larutan dipanaskan terus-menerus sampai terbentuk koloid alumina nanopartikel yang ditandai dengan perubahan warna dari larutan tak berwarna menjadi keruh. Setelah selesai, kedua kawat dilepas dan dikeringkan dan ditimbang masing-masing massanya. Selanjutnya dengan perlakuan yang sama, digunakan larutan NaCl dengan berbagai variasi konsentrasi 0.2 M; 0.3 M; 0.4 M dan 0.5 M.

Koloid yang diperoleh dari beberapa proses elektrolisis dengan variasi konsentrasi NaCl tersebut dibiarkan selama beberapa saat agar suhu koloid sama dengan suhu ruang kemudian dikarakterisasi dengan spektrofotometer Uv-Vis untuk mengetahui nilai absorbansi dan panjang gelombangnya. Perlakuan konsentrasi NaCl yang menghasilkan koloid nanopartikel alumina dengan nilai

absorbansi tertinggi, selanjutnya digunakan untuk proses elektrolisis pada optimasi potensial.

3.2.3 Pengaruh Potensial Untuk Sintesis Nanopartikel Alumina

Metodenya sama dengan proses elektrolisis sebelumnya, yaitu kedua elektroda aluminium masing-masing dihubungkan dengan kutub positif dan negatif power supply. Kedua elektroda dicelupkan ke dalam gelas kimia yang berisi 400 mL air mendidih. Lalu ditambahkan 10 ml larutan NaCl dengan konsentrasi sesuai hasil optimasi konsentrasi NaCl sebelumnya. Pengadukan terus dilakukan selama proses reaksi berlangsung. Kemudian larutan dipanaskan terus-menerus disertai pengadukan sampai terbentuk koloid alumina nanopartikel yang ditandai dengan perubahan warna dari tak berwarna menjadi keruh. Setelah selesai, kedua kawat dilepas dan dikeringkan serta ditimbang masing-masing massanya. Potensial power supply yang digunakan adalah dari 50V, 40 V, 30 V, 20 V dan 10 V yang di atur pada alat power supply.

3.2.4 Karakterisasi Nanopartikel Alumina

Koloid nanopartikel alumina yang diperoleh dari masing-masing perlakuan dikarakterisasi dengan spektrofotometer Uv-Vis pada panjang gelombang 200-700 nm untuk mengetahui sifat optik dari alumina nanopartikel. Untuk mengetahui ukuran dari alumina nanopartikel yang diperoleh, digunakan *Particle Size Analyser* (*zetasizer*). Kemudian masing-masing sampel dari hasil analisis alumina nanopartikel dengan pengaruh variasi konsentrasi NaCl yang berbeda dan pengaruh variasi potensial dari hasil analisis, dianalisis ukuran partikel masing-masing sampel dengan menggunakan instrument Zetasizer.

"halaman ini sengaja dikosongkan"

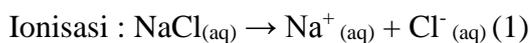
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN

Penelitian ini menggunakan metode elektrokimia untuk memperoleh alumina nanopartikel. Seperangkat sel elektrolisis digunakan untuk sintesis alumina nanopartikel, dengan elektroda aluminium sebagai katoda dan anoda. Zat elektrolit yang dipakai yaitu larutan NaCl. Skema sel elektrolisis untuk sintesis alumina nanopartikel dapat di lihat pada Gambar 4.1

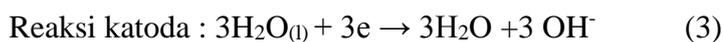
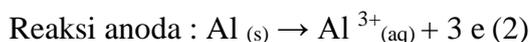
Gambar 4.1. Proses elektrolisis sintesis nanopartikel aluminium oksida



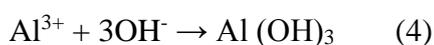
Dalam sintesis nanopartikel alumina diawali dengan terjadinya reaksi ionisasi dari larutan NaCl sesuai persamaan:



Selanjutnya terjadi reaksi oksidasi pada anoda (Al) dan reaksi reduksi pada katoda (Al) yaitu :



Ion Al^{3+} selanjutnya bereaksi dengan OH^- menghasilkan $\text{Al}(\text{OH})_3$ sesuai dengan persamaan reaksi:



$\text{Al}(\text{OH})_3$ jika dipanaskan akan menghasilkan alumina berdasarkan reaksi :



Pada sintesis Alumina nanopartikel, yang diamati adalah pengaruh konsentrasi NaCl dan potensial yang digunakan. Larutan NaCl berfungsi sebagai zat elektrolisis. Senyawa NaCl terionisasi menjadi Na^+ dan Cl^- . Elektroda di katoda, yang direduksi adalah H_2O menghasilkan ion OH^- dan gas H_2 sedangkan pada anoda, logam Al teroksidasi menjadi Al^{3+} .

4.1 Sintesis dan pembentukan alumina nanopartikel

Pada penelitian ini yang diamati adalah pengaruh konsentrasi larutan NaCl dan potensial dalam sintesis alumina nanopartikel. Larutan NaCl ini berfungsi sebagai larutan elektrolit pada sel elektrolisis.

4.1.1 Pengaruh konsentrasi NaCl pada sintesis alumina nanopartikel

Pada proses awal sintesis alumina nanopartikel, yang pertama kali diamati adalah pengaruh konsentrasi NaCl dalam larutan. Pengamatan dilakukan pada variasi konsentrasi NaCl 0,1 M; 0,2 M; 0,3 M; 0,4 M dan 0,5 M. Pada tahap pertama ini pengaruh konsentrasi NaCl terhadap sintesis alumina nanopartikel dilakukan pada potensial tetap. Potensial yang digunakan pada penelitian ini yang merupakan potensial maksimum yaitu sebesar 50 volt. Selama proses sintesis berlangsung, diamati perubahan yang terjadi pada larutan. Perubahan warna larutan selama proses elektrolisis alumina nanopartikel dengan pengamatan terhadap pengaruh konsentrasi NaCl dapat dilihat pada Gambar 4.2.

Gambar 4.2 menunjukkan perubahan warna larutan saat sintesis alumina nanopartikel menggunakan berbagai variasi konsentrasi NaCl. Dari hasil pengamatan diketahui terjadi perubahan warna dari larutan tak berwarna menjadi putih keruh. Warna keruh tersebut mengindikasikan telah terbentuk alumina nanopartikel. Proses elektrolisis berlangsung selama 15 menit untuk setiap variasi konsentrasi NaCl. Terbentuknya perubahan warna larutan menjadi keruh pada proses sintesis ini berlangsung cepat yaitu dengan waktu yang berbeda untuk masing-masing variasi konsentrasi. Semakin kecil konsentrasi NaCl yang digunakan, laju perubahan warna larutan dari tidak berwarna menjadi keruh semakin lambat.



Gambar 4.2. Perubahan warna Larutan pada proses sintesis alumina Nanopartikel menggunakan variasi konsentrasi NaCl 0,1 M; 0,2 M; 0,3 M; 0,4 M dan 0,5 M pada potensial 50 Volt.

Pada proses sintesis alumina nanopartikel dengan konsentrasi NaCl 0,1 M dengan potensial 50 Volt, berlangsung dalam waktu 15 menit. Reaksi yang terjadi ditandai dengan adanya adanya gelembung gas pada permukaan elektroda katoda, elektroda di anoda menghasilkan gelembung gas yang menempel dipermukaannya. Pada menit ke-10 proses elektrolisis berlangsung terjadi perubahan warna larutan dari tidak berwarna menjadi keruh. Hal ini menunjukkan laju sintesis alumina nanopartikel menggunakan NaCl dengan konsentrasi 0,1 M kecil. Koloid alumina yang diperoleh diukur absorbansinya pada pada panjang gelombang maksimum dengan spektrofotometer Uv-Vis dan diperoleh nilai absorbansi 1,6767 pada panjang gelombang 203 nm. Nilai absorbansi yang kecil tersebut relatif menunjukkan alumina nanopartikel yang dihasilkan juga sedikit.

Pada proses sintesis alumina nanopartikel dengan konsentrasi NaCl 0,2 M dengan potensial 50 Volt, berlangsung dalam waktu 15 menit. Reaksi yang terjadi ditandai dengan adanya adanya gelembung gas pada permukaan elektroda katoda, elektroda di anoda menghasilkan sedikit gelembung gas yang menempel dipermukaannya. Seperti pada konsentrasi NaCl 0,1 M, pada menit ke-10 proses

elektrolisis berlangsung terjadi perubahan warna larutan dari tidak berwarna menjadi keruh. Hal ini menunjukkan laju sintesis alumina nanopartikel menggunakan NaCl dengan konsentrasi 0,2 M kecil. Koloid alumina yang diperoleh diukur absorbansinya pada panjang gelombang maksimum dengan spektrofotometer Uv-Vis dan diperoleh nilai absorbansi 1,7550 pada panjang gelombang 208 nm. Nilai absorbansi yang kecil tersebut relatif menunjukkan alumina nanopartikel yang dihasilkan juga sedikit.

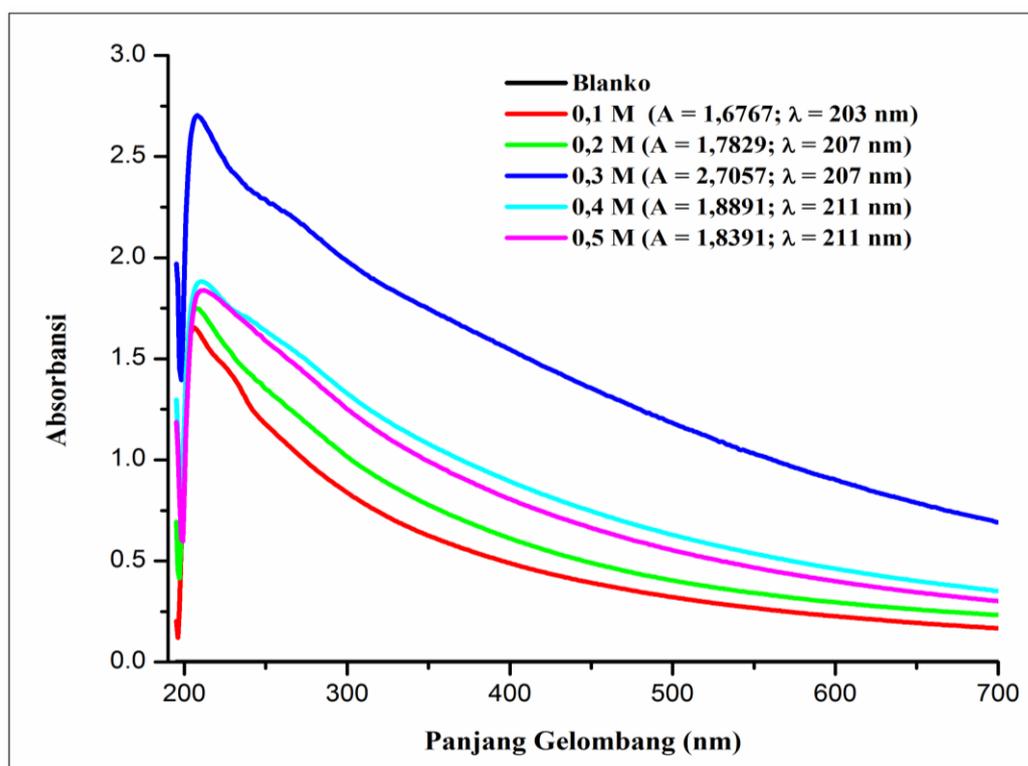
Pada proses sintesis alumina nanopartikel dengan konsentrasi NaCl 0,3 M dengan potensial 50 volt, berlangsung dalam waktu 15 menit. Reaksi yang terjadi ditandai dengan adanya gelembung gas pada permukaan elektroda katoda, elektroda di anoda menghasilkan banyak gelembung gas yang menempel dipermukaannya. Seperti pada konsentrasi NaCl 0,1 M, pada menit ke-8 proses elektrolisis berlangsung terjadi perubahan warna larutan dari tidak berwarna menjadi keruh. Hal ini menunjukkan laju sintesis alumina nanopartikel menggunakan NaCl dengan konsentrasi 0,3 M cukup besar dibandingkan dengan konsentrasi sebelumnya. Koloid alumina yang diperoleh diukur absorbansinya pada panjang gelombang maksimum dengan spektrofotometer Uv-Vis dan diperoleh nilai absorbansi 2,7057 pada panjang gelombang 207 nm. Nilai absorbansi yang besar tersebut relatif menunjukkan alumina nanopartikel yang dihasilkan juga banyak. Nilai absorbansi yang dihasilkan merupakan nilai optimum yang didapat pada penelitian ini.

Pada proses sintesis alumina nanopartikel dengan konsentrasi NaCl 0,4 M dengan potensial 50 Volt, berlangsung dalam waktu 15 menit. Reaksi yang terjadi ditandai dengan adanya gelembung gas pada permukaan elektroda katoda, elektroda di anoda menghasilkan banyak gelembung gas yang menempel dipermukaannya. Laju pembentukan alumina nanopartikel pada kondisi ini lebih cepat dari sebelumnya. Hal ini diketahui dari terjadinya perubahan warna dari yang tidak berwarna menjadi keruh pada menit ke-7 proses elektrolisis berlangsung. Kondisi ini menunjukkan alumina nanopartikel yang terbentuk membesar sehingga koloid menjadi tidak stabil dan mulai mengendap. Hal tersebut dilihat dari hasil pengukuran spektrofotometer Uv-Vis dan diperoleh nilai absorbansi 1,8891 pada

panjang gelombang 211 nm. Ini berarti partikel alumina yang berupa nanopartikel lebih sedikit dan berukuran lebih besar daripada alumina nanopartikel yang dihasilkan dari sintesis menggunakan konsentrasi NaCl 0,03 M. Berdasarkan penelitian Husna (2011) yang menyatakan bahwa semakin besar konsentrasi NaCl yang digunakan, akan lebih mudah terbentuk agregat alumina nanopartikel.

Pada proses sintesis alumina nanopartikel dengan konsentrasi NaCl 0,5 M dengan potensial 50 Volt, berlangsung dalam waktu 15 menit. Reaksi yang terjadi ditandai dengan adanya gelembung gas pada permukaan elektroda katoda, elektroda di anoda menghasilkan banyak gelembung gas yang menempel dipermukaannya. Pada menit ke-5 proses elektrolisis berlangsung terjadi perubahan warna larutan dari tidak berwarna menjadi lebih keruh dari sebelumnya. Hal ini menunjukkan laju sintesis alumina nanopartikel menggunakan NaCl dengan konsentrasi 0,5 M lebih besar dari konsentrasi NaCl sebelumnya. Kondisi ini menunjukkan alumina nanopartikel yang terbentuk membesar sehingga koloid tidak stabil dan mulai mengendap. Koloid alumina yang diperoleh diukur absorbansinya pada panjang gelombang maksimum dengan spektrofotometer Uv-Vis dan diperoleh nilai absorbansi 1,8395 pada panjang gelombang 211 nm. Ini berarti alumina nanopartikel yang dihasilkan relatif sedikit dan berukuran lebih besar dari konsentrasi NaCl yang lainnya. Ukuran nanopartikel yang bertambah besar ini mengakibatkan partikelnya lebih cepat mengendap.

Dari Gambar 4.2. menunjukkan bahwa jumlah NaCl yang digunakan dalam sintesis berpengaruh terhadap jumlah alumina nanopartikel yang diperoleh. Hal tersebut diketahui dari hasil pengukuran nilai absorbansi pada panjang gelombang maksimum dengan menggunakan spektrofotometer Uv-Vis. Pengamatan pengaruh NaCl terhadap nilai absorbansi alumina nanopartikel pada panjang gelombang maksimum disajikan pada Gambar 4.3.



Gambar 4.3 Spektrum Uv-Vis koloid Al_2O_3 nanopartikel yang disintesis dengan konsentrasi NaCl 0,1 M-0,5 M dengan potensial 50 Volt.

Hasil pengamatan spectrum Uv-Vis yang terlihat pada Gambar 4.3 menunjukkan adanya pengaruh konsentrasi NaCl terhadap sintesis alumina nanopartikel. Pada Gambar 4.3 terlihat bahwa semua spectrum menunjukkan pola puncak serapan yang sama. Semakin tinggi konsentrasi NaCl yang digunakan akan berpengaruh pada pertumbuhan partikel oleh pembentukan banyak ion. Banyaknya ion yang terbentuk akan menyebabkan kemampuan partikel tidak dapat menghambat terjadinya aglomerasi partikel yang dihasilkan. Larutan mungkin akan menjadi tidak stabil dan tumbuh dengan proses koagulasi menjadi partikel yang lebih besar (Budipramana, 2014).

Dari Gambar 4.3 terlihat bahwa koloid alumina nanopartikel yang dihasilkan menggunakan konsentrasi NaCl 0,3 M mempunyai nilai absorbansi paling tinggi pada panjang gelombang maksimum. Hal ini berarti dengan menggunakan konsentrasi NaCl 0,3 M, jumlah Al_2O_3 nanopartikel yang terbentuk paling banyak dibandingkan konsentrasi lainnya. Dengan perubahan konsentrasi NaCl, jumlah nanopartikel yang terbentuk juga mengalami perubahan. Pada

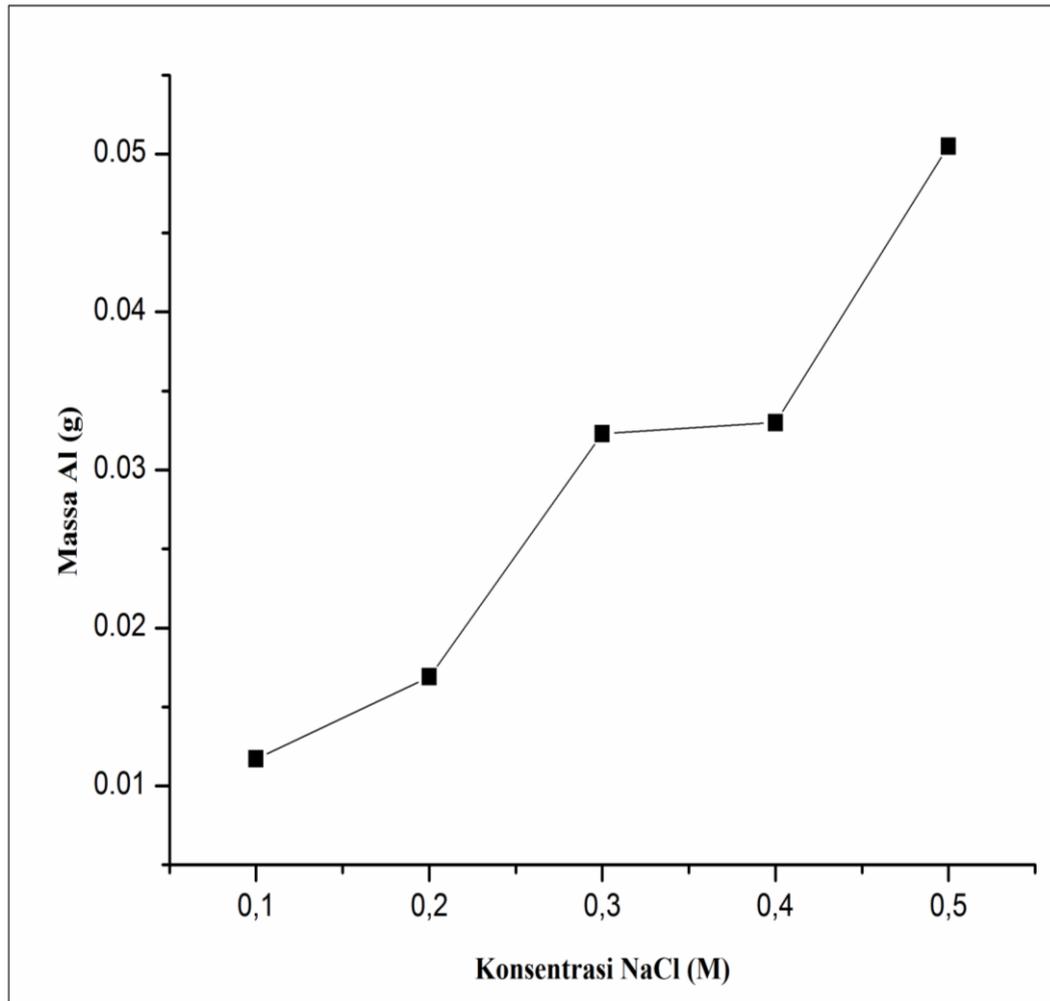
konsentrasi NaCl yang lebih tinggi dari 0,3 M, nilai absorbansi pada panjang gelombang maksimum koloid alumina nanopartikel semakin turun karena nanopartikel yang terbentuk semakin sedikit. Hal ini disebabkan karena sebagian alumina yang berupa nanopartikel sudah mengendap (Husna, 2011) yang terlihat pada Gambar 4.4 . Adanya pengendapan partikel dapat diketahui dari banyaknya logam aluminium yang terlarut. Semakin tinggi konsentrasi NaCl yang digunakan, semakin besar pula logam aluminium yang terlarut. Banyaknya logam aluminium yang terlarut dalam koloid Al_2O_3 disajikan dalam Gambar 4.5.

Gambar 4.2. menunjukkan adanya perbedaan warna koloid alumina nanopartikel yang disintesis dengan pengaruh konsentrasi NaCl. Dari gambar tersebut diketahui bahwa Al_2O_3 nanopartikel dapat disintesis dengan adanya senyawa NaCl, namun warna koloid yang dihasilkan sedikit memiliki perbedaan warna. Ini berarti proses reaksi redoks terjadi karena adanya arus listrik yang mengalir pada elektroda, namun arus listrik yang ada tidak cukup efektif melarutkan logam (Husna, 2011). Dengan penambahan larutan elektrolit NaCl pada sel elektrolisis, koloid alumina nanopartikel yang dihasilkan berubah dari tak berwarna menjadi keruh. Ini menunjukkan ion Cl^- dapat mengaktifkan terlarutnya logam di anoda (Sayiner, dkk., 2008). Logam Al yang terlarut bertambah banyak seiring dengan bertambahnya konsentrasi NaCl yang digunakan (Gambar 4.5).



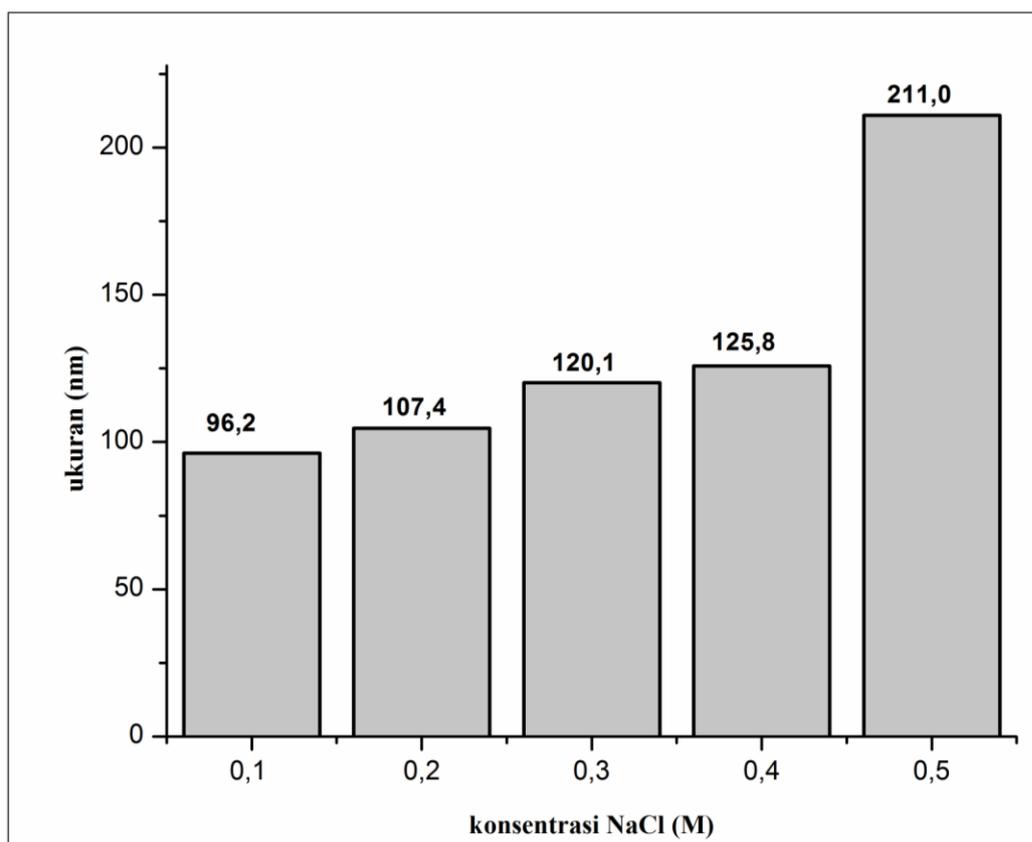
Gambar 4.4. Kondisi larutan alumina nanopartikel setelah terjadi pengendapan .

Koloid Alumina nanopartikel yang dihasilkan dengan menggunakan potensial 50 Volt pada konsentrasi NaCl 0,3 M, jumlah alumina nanopartikel yang terbentuk lebih banyak dibandingkan konsentrasi lainnya. Banyaknya logam aluminium yang terlarut dari masing-masing variasi konsentrasi NaCl berbeda. Pada konsentrasi NaCl 0,1 M banyaknya logam yang terlarut sebesar 0,0117 g, pada konsentrasi NaCl 0,2 M sebesar 0,0169 g, pada konsentrasi NaCl 0,3 M sebesar 0,0323 g. Kemudian pada konsentrasi NaCl 0,4 dan 0,5 M masing-masing sebesar 0,0330 g dan 0,0505 g. Banyaknya logam Al yang terlarut dalam koloid Alumina nanopartikel disajikan dalam Gambar 4.5.



Gambar 4.5. Massa Al yang terlarut dalam koloid alumina nanopartikel pada saat proses sintesis dengan konsentrasi NaCl 0,1 M - 0,5 M pada potensial 50 Volt.

Koloid alumina nanopartikel yang dihasilkan dari hasil sintesis menggunakan berbagai variasi konsentrasi NaCl kemudian dianalisis menggunakan instrument Zeta sizer untuk mengetahui ukuran partikel dari alumina nanopartikel yang terbentuk akibat pengaruh dari konsentrasi NaCl yang digunakan. Dari hasil yang diperoleh dapat diketahui pengaruh konsentrasi NaCl yang digunakan terhadap ukuran partikel. Hasil analisis ukuran partikel dapat dilihat pada Gambar 4.6.



Gambar 4.6. Ukuran partikel Al_2O_3 hasil analisa instrument zeta sizer pada proses sintesis dengan konsentrasi NaCl 0,1 M - 0,5 M pada potensial 50 Volt

Dari Gambar 4.6. terlihat adanya perbedaan ukuran alumina nanopartikel dari berbagai variasi konsentrasi NaCl yang digunakan. Dari hasil analisa zeta sizer terlihat pada konsentrasi NaCl 0,1 M menghasilkan ukuran partikel sebesar 96,2 nm, konsentrasi NaCl 0,2 M menghasilkan ukuran partikel sebesar 107,4 nm. Kemudian meningkat lagi menjadi 120,1 nm, 125 nm dan 211,0 nm untuk masing-masing variasi konsentrasi NaCl 0,3 M, 0,4 M dan 0,5 M.

Berdasarkan penelitian Husna (2011), menggunakan metode elektrokimia untuk sintesis emas nanopartikel dengan menggunakan larutan NaCl pada potensial tinggi diperoleh bahwa semakin besar konsentrasi NaCl yang digunakan maka semakin besar pula ukuran nanopartikel yang diperoleh. Sehingga pada sintesis alumina nanopartikel dalam penelitian ini diperoleh hasil adanya pengaruh konsentrasi NaCl yang digunakan terhadap ukuran nanopartikel yang dihasilkan.

semakin besar konsentrasi NaCl yang digunakan menghasilkan ukuran nanopartikel yang semakin besar pula.

Pada tahap sintesis Al₂O₃ nanopartikel selanjutnya yaitu mengetahui pengaruh potensial terhadap pembentukan Al₂O₃ dengan menggunakan konsentrasi maksimum dari NaCl 0,3 M.

4.1.2 Pengaruh Potensial pada Sintesis Al₂O₃ Nanopartikel

Setelah diamati pengaruh konsentrasi NaCl dalam sintesis Al₂O₃ nanopartikel dari logamnya pada potensial 50 volt yang hasilnya yaitu digunakan konsentrasi NaCl 0,3 M. Pada tahap selanjutnya dilakukan pengamatan terhadap pengaruh potensial. pengaruh potensial ini diamati sebab potensial berpengaruh terhadap ukuran nanopartikel yang diperoleh (Araoyinbo, dkk 2010). Selain itu potensial berperan sebagai parameter pengontrol pada tekanan electron yang menyebabkan spesi kimia mengalami penambahan atau pengurangan electron (reduksi atau oksidasi) (Wang, 2006), sehingga perlu dilakukan pengamatan terhadap potensial. Adapun potensial yang digunakan diturunkan menjadi 40 Volt, 30 Volt, 20 Volt dan 10 Volt. Pemilihan konsentrasi NaCl 0,3 ini disebabkan karena koloid nanopartikel Al₂O₃ pada konsentrasi NaCl 0,3 M memiliki nilai absorbansi paling tinggi pada panjang gelombang maksimum dari pengukuran spektrofotometer Uv-Vis. Nilai absorbansi menunjukkan jumlah nanopartikel yang terbentuk. Semakin tinggi nilai absorbansi maka jumlah nanopartikel yang terbentuk juga semakin banyak (Doak, dkk 2010).

Pada pembahasan ini dimulai dari potensial paling kecil yaitu 10 Volt. Sintesis logam Al dengan NaCl 0,3 M pada potensial 10 volt berlangsung sangat lambat selama proses elektrolisis berlangsung dalam waktu 15 menit. Perubahan warna larutan dari tak berwarna menjadi sedikit keruh terjadi pada menit ke- 12 proses elektrolisis. Terdapat gelembung gas pada elektroda katoda dan dalam jumlah yang sedikit terdapat serbuk Aluminium yang menempel, sedangkan pada elektroda di anoda terdapat sedikit gelembung gas yang menempel di permukaannya. Hal ini menunjukkan bahwa potensial 10 Volt sedikit mengoksidasi logam Al menjadi ion Al³⁺ yang berarti sedikit terjadi

pembentukan Al_2O_3 nanopartikel. Setelah proses elektrolisis dihentikan, elektroda pada anoda mengalami pengurangan massa.

Proses elektrolisis logam Al dengan menggunakan NaCl 0,3 M pada potensial 20 Volt berlangsung sedikit lebih cepat daripada potensial 10 Volt, dimana adanya perubahan warna larutan dari tidak berwarna menjadi keruh terjadi pada menit ke- 10 proses elektrolisis yang berlangsung selama 15 menit. Hal ini menunjukkan bahwa proses elektrolisis dengan menggunakan konsentrasi NaCl 0,3 M pada potensial 20 Volt mampu mengoksidasi logam Al menjadi Al^{3+} . Pada saat proses elektrolisis berlangsung terdapat sedikit gelembung gas pada elektroda katoda dan anoda yang mengindikasikan terjadi reaksi oksidasi dan reduksi. Setelah proses elektrolisis dihentikan, elektroda pada anoda mengalami pengurangan massa. Perubahan warna larutan dapat dilihat pada Gambar 4. 7.



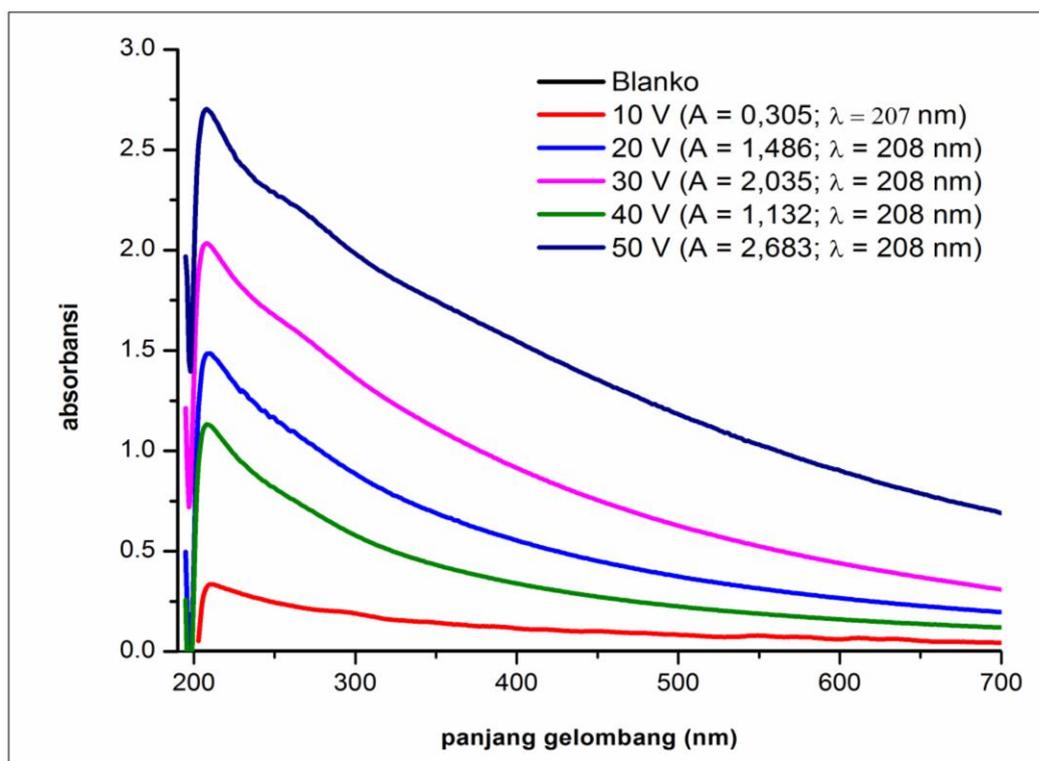
Gambar 4.7 Perubahan warna larutan pada proses sintesis nanopartikel aluminium oksida menggunakan variasi konsentrasi NaCl 0,1 M; 0,2 M; 0,3 M; 0,4 M Dan 0,5 M pada potensial 50 Volt.

Sintesis logam aluminium dengan NaCl 0,3 M pada potensial 30 Volt memiliki laju pembentukan alumina nanopartikel yang lebih cepat dibandingkan

potensial sebelumnya, dimana perubahan warna larutan dari tidak berwarna menjadi keruh terjadi pada menit ke-8 yang mengindikasikan bahwa telah terjadi proses oksidasi dan reduksi pada kedua elektroda. Proses elektrolisis juga berlangsung selama 15 menit. Permukaan elektroda di katoda dan anoda menghasilkan gelembung gas yang menandakan bahwa telah terjadi reaksi oksidasi (anoda) dan reduksi (katoda). Dari Gambar 4.7 terlihat larutan berwarna keruh yang menunjukkan bahwa dengan menggunakan konsentrasi NaCl 0,3 M pada potensial 30 Volt dapat mempercepat logam aluminium (Al) menjadi ion Al^{3+} .

Pada proses sintesis alumina nanopartikel dengan menggunakan konsentrasi NaCl 0,3 M pada potensial 40 Volt memiliki laju pembentukan alumina nanopartikel yang lebih cepat dibandingkan dengan potensial sebelumnya. Ini ditandai dengan berubahnya larutan dari yang tidak berwarna menjadi keruh pada menit ke-5 proses elektrolisis berlangsung. Proses elektrolisis juga berlangsung selama 15 menit. Potensial yang digunakan dalam sintesis alumina nanopartikel juga berpengaruh terhadap terhadap banyaknya logam yang terlarut dalam dalam larutan. Semakin besar potensial yang digunakan maka semakin banyak pula logam yang terlarut (Allagui, 2011). Hal ini dapat dilihat dari berkurangnya massa di anoda, sehingga mampu menghasilkan alumina nanopartikel yang lebih banyak dibanding kondisi sintesis sebelumnya.

Sintesis alumina nanopartikel dengan menggunakan konsentrasi NaCl 0,3 M pada potensial 50 Volt memiliki laju pembentukan alumina nanopartikel yang lebih cepat dibandingkan dengan potensial-potensial sebelumnya. Hal ini terlihat dari reaksi yang terjadi dimana ketika proses elektrolisis berlangsung pada menit ke-3 sudah terlihat perubahan warna larutan dari tidak berwarna menjadi keruh dan terdapat banyak gelembung gas pada kedua elektroda. Pada potensial 50 Volt dapat mempercepat logam Al berubah menjadi ion Al^{3+} . Potensial yang besar juga menyebabkan semakin banyak logam yang terlarut sehingga menghasilkan alumina nanopartikel dalam jumlah yang lebih banyak.



Gambar 4.8. Spektrum Uv-Vis koloid nanopartikel Al₂O₃ yang disintesis dengan konsentrasi NaCl 0,3 M dengan potensial 10 - 50 Volt.

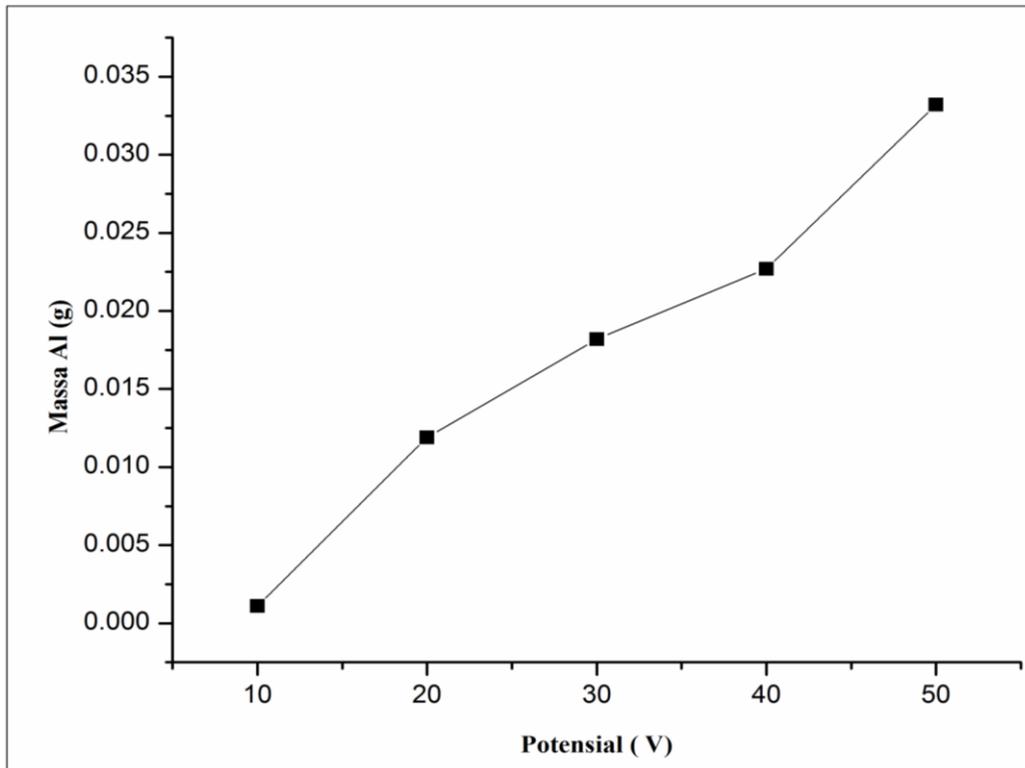
Pada Gambar 4.8. terlihat bahwa adanya pengaruh potensial terhadap nilai absorbansi pada panjang gelombang maksimum. Hal ini berarti potensial berpengaruh terhadap jumlah alumina nanopartikel yang dihasilkan. Semakin besar potensial yang digunakan untuk elektrolisis maka semakin banyak pula alumina nanopartikel yang dihasilkan. Kondisi optimum dalam pengamatan pengaruh potensial terjadi pada potensial 50 Volt dengan absorbansi 2,683 pada panjang gelombang maksimum 208 nm.

Koloid Al₂O₃ nanopartikel yang dihasilkan menggunakan konsentrasi NaCl 0,3 M pada potensial 50 Volt, menghasilkan jumlah alumina nanopartikel paling banyak dibanding potensial yang lain. Semakin besar potensial yang digunakan untuk elektrolisis, maka semakin cepat laju pembentukan alumina nanopartikel. Ini menunjukkan semakin besar potensial yang digunakan maka logam Al lebih cepat teroksidasi menjadi Al⁺³ sehingga menghasilkan alumina nanopartikel dalam jumlah banyak (Husna, 2011). Logam Al pada elektroda anoda mengalami penurunan massa lebih banyak jika dibandingkan dengan sintesis pada potensial yang lain.

Potensial yang digunakan dalam sintesis Al_2O_3 nanopartikel berpengaruh terhadap banyaknya logam yang terlarut. Ini disebabkan potensial berperan sebagai pengontrol pada tekanan electron yang menyebabkan spesi kimia mengalami penambahan atau pengurangan electron (reduksi atau oksidasi) (Wang, 2006).

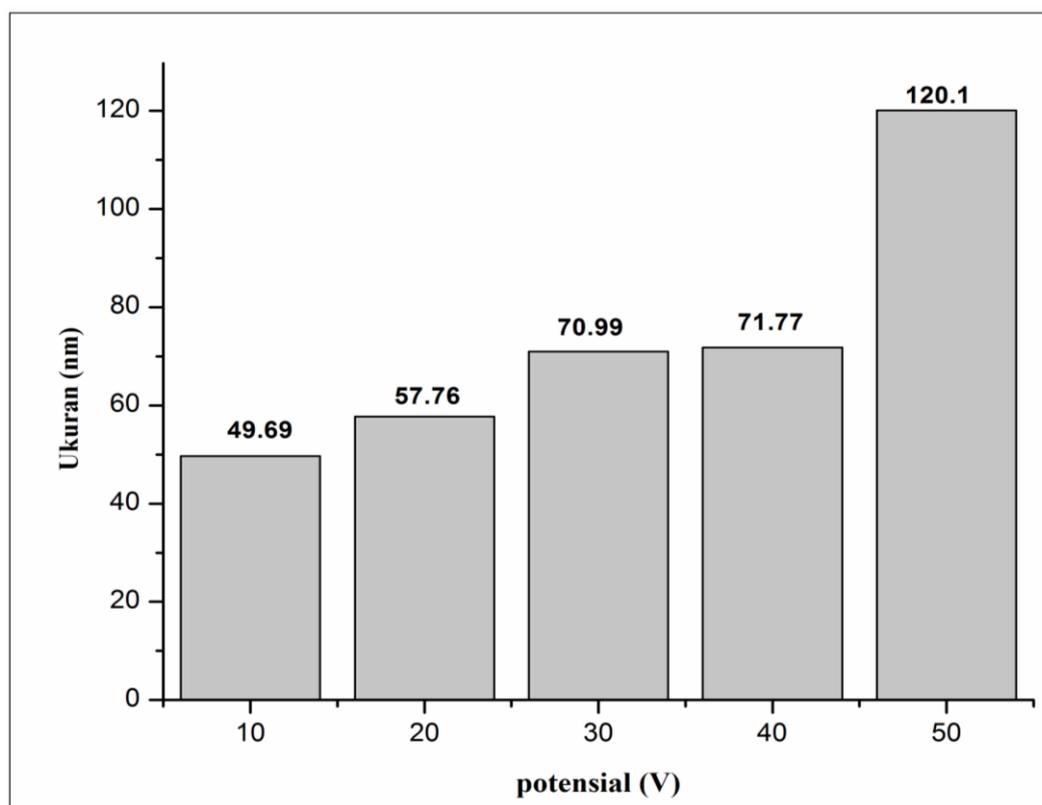
Berdasarkan persamaan $E = I \cdot R$, yang menyatakan bahwa semakin besar potensial maka arus listrik yang dihasilkan semakin banyak dan arus listrik juga berbanding lurus dengan massa logam anoda yang teroksidasi menjadi ion dimana ion hanya akan terbentuk di bawah pengaruh medan listrik yang mengalir melalui larutan. Semakin besar potensial yang digunakan maka semakin banyak pula logam aluminium yang terlarut (Mukherjee dkk, 2005). Massa logam aluminium yang terlarut dari sintesis Al_2O_3 nanopartikel pada pengaruh potensial terlihat pada Gambar 4.9.

Koloid Al_2O_3 nanopartikel yang dihasilkan dengan menggunakan konsentrasi NaCl 0,3 M dengan variasi potensial 10-50 Volt, jumlah alumina nanopartikel yang terbentuk semakin tinggi seiring dengan naiknya potensial yang diberikan. Semakin tinggi potensial juga mempengaruhi laju pembentukan koloid nanopartikel dimana semakin besar potensial yang diberikan maka semakin besar laju pembentukan alumina nanopartikel. Banyaknya logam aluminium yang terlarut dari masing-masing variasi potensial yang digunakan berbeda. Pada potensial 10 Volt banyaknya logam yang terlarut sebesar 0,0011 g, pada potensial 20 Volt sebesar 0,0119 g, pada potensial 30 Volt sebesar 0,0182 g. Kemudian pada potensial 40 Volt dan 50 Volt masing-masing sebesar 0,0227 g dan 0,0332 g. Banyaknya logam aluminium yang terlarut dalam koloid Alumina nanopartikel disajikan dalam Gambar 4.9.



Gambar 4.9. Massa logam Al yang terlarut dalam koloid Al_2O_3 nanopartikel yang disintesis menggunakan konsentrasi NaCl 0,3 M; 0,4 M pada potensial 10- 50 Volt.

Koloid nanopartikel yang dihasilkan dari hasil sintesis menggunakan berbagai potensial kemudian dianalisis menggunakan instrument Zeta sizer untuk mengetahui ukuran partikel dari alumina nanopartikel yang terbentuk akibat pengaruh dari potensial yang digunakan. Dari hasil yang diperoleh dapat diketahui pengaruh potensial yang digunakan terhadap ukuran partikel. Hasil analisis ukuran partikel dapat dilihat pada Gambar 4.10.



Gambar 4.10. Ukuran partikel Al_2O_3 hasil analisa instrument zeta sizer pada proses sintesis dengan konsentrasi NaCl 0,3 M pada potensial 10 -50 volt

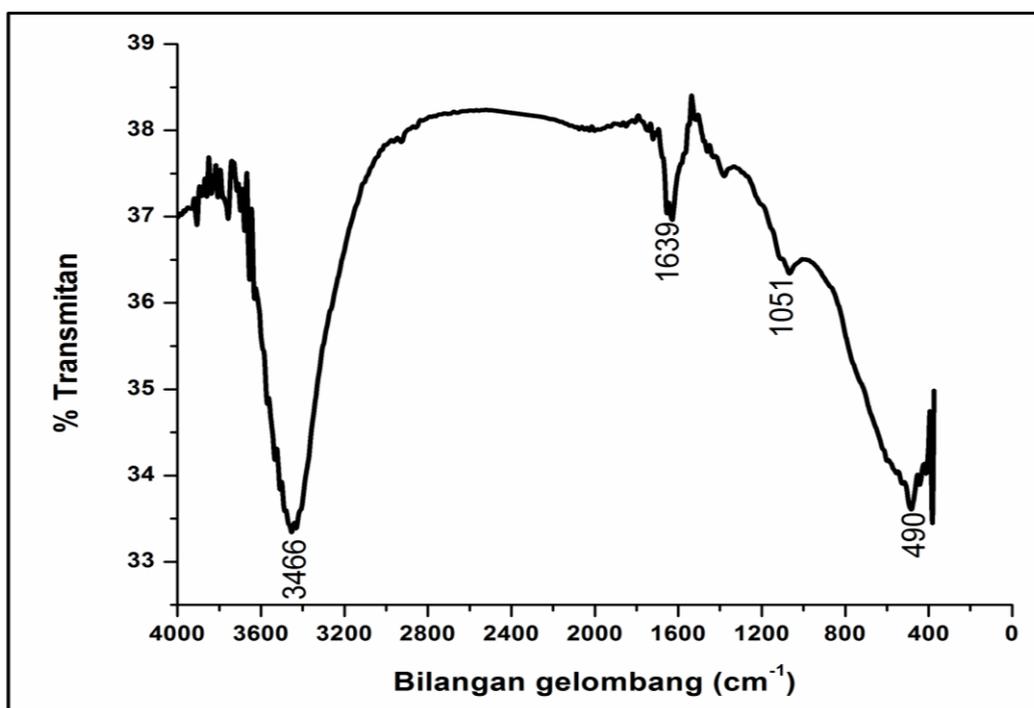
Dari Gambar 4.10 terlihat adanya perbedaan ukuran nanopartikel dari alumina yang terbentuk dari berbagai variasi potensial yang digunakan pada saat sintesis. Dari hasil analisa zeta sizer terlihat pada potensial 10 Volt menghasilkan ukuran partikel sebesar 49,69 nm, potensial 20 Volt menghasilkan ukuran partikel sebesar 57,6 nm. Kemudian meningkat lagi menjadi 70,99 nm, 71,77 nm dan 120,1 nm untuk masing –masing variasi potensial 30 Volt, 40 Volt dan 50 Volt.

Hasil ini sesuai dengan penelitian yang dilakukan oleh Allagui (2011), yang menggunakan metode elektrokimia pada sintesis NiO nanopartikel dengan menggunakan variasi potensial 30, 36 dan 42 Volt. Hasil yang diperoleh, setiap kenaikan potensial menghasilkan ukuran NiO nanopartikel yang meningkat pula. Husna (2011) juga menggunakan variasi potensial pada sintesis emas nanopartikel secara elektrokimia. Hasil yang diperoleh semakin tinggi potensial maka ukuran yang diperoleh juga semakin meningkat.

4.2 Hasil Analisa FTIR Al₂O₃ Nanopartikel

Al₂O₃ nanopartikel yang dihasilkan dari elektrolisis pada konsentrasi 0,3 M pada potensial 50 Volt berupa koloid putih keruh. Koloid nanopartikel tersebut kemudian dikarakterisasi dengan FTIR untuk mengetahui komposisi yang terkandung di dalamnya. Spectra Al₂O₃ nanopartikel ditunjukkan pada Gambar 4.10.

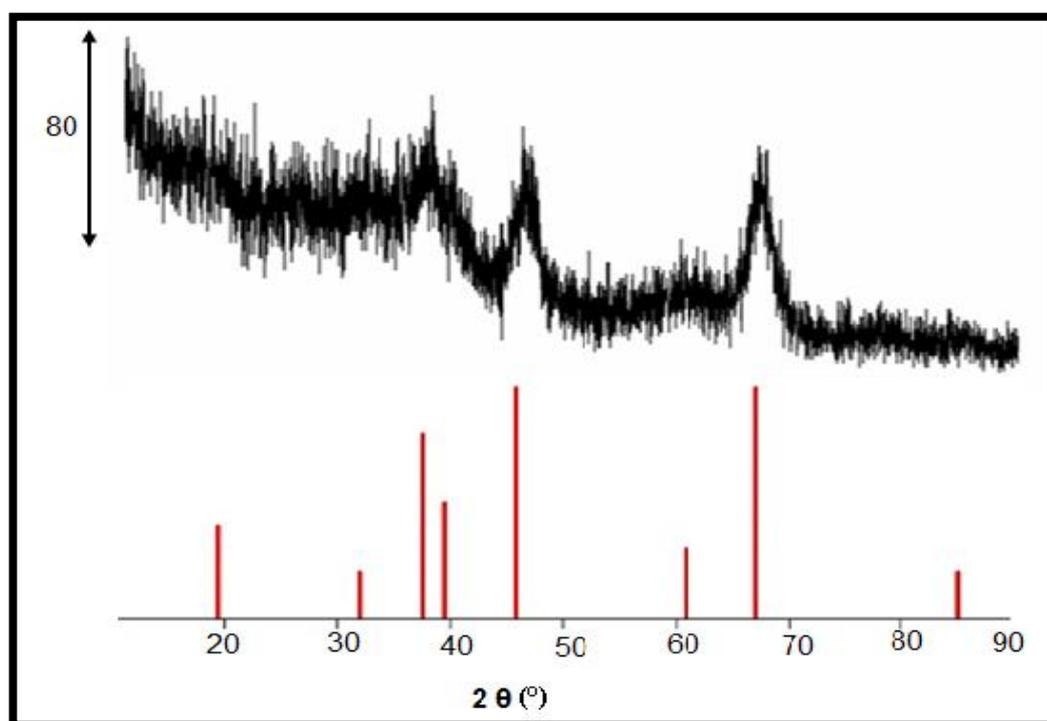
Puncak serapan yang terbentuk pada daerah 3466 cm⁻¹ merupakan vibrasi ulur (stretching vibration) pada gugus OH, puncak serapan pada daerah 1639 cm⁻¹ menunjukkan adanya vibrasi tekuk OH (bending vibration) dari molekul air yang terserap. Puncak serapan pada daerah 3466 cm⁻¹ dan pada daerah 1639 cm⁻¹ memiliki kemiripan dengan penelitian yang dilakukan oleh Nayak (2007). Kemudian serapan pada puncak 1051 memperlihatkan adanya vibrasi ulur (stretching vibration) dari ikatan Al – O – Al (Al-Mamun, 2012) dan pada puncak 490 menunjukkan vibrasi tekuk (bending vibration) dari Al – O (Irawati, 2013). Dengan adanya vibrasi seperti ini dalam sampel yang disintesis maka menunjukkan adanya Al₂O₃ yang terbentuk.



Gambar 4.11. Spektra FTIR nanopartikel Al₂O₃

4.3 Hasil analisa X-ray Diffraction Al₂O₃ nanopartikel

Pada penelitian ini koloid alumina nanopartikel yang dihasilkan dari elektrolisis pada konsentrasi 0,3 M pada potensial 50 Volt yang berwarna keruh berubah menjadi endapan putih kemudian dipisahkan dan dikeringkan pada suhu 60 °C kemudian di kalsinasi pada suhu 600 °C. Pola difaktogram dari alumina nanopartikel dapat dilihat pada Gambar 4.12.



Gambar 4.11 Pola difaktogram dari nanopartikel alumina hasil sintesis (gambar atas) dan perbandingannya dengan pola difraksi γ -Al₂O₃ berdasarkan berdasarkan JCPDS No. 10-0425 (gambar bawah).

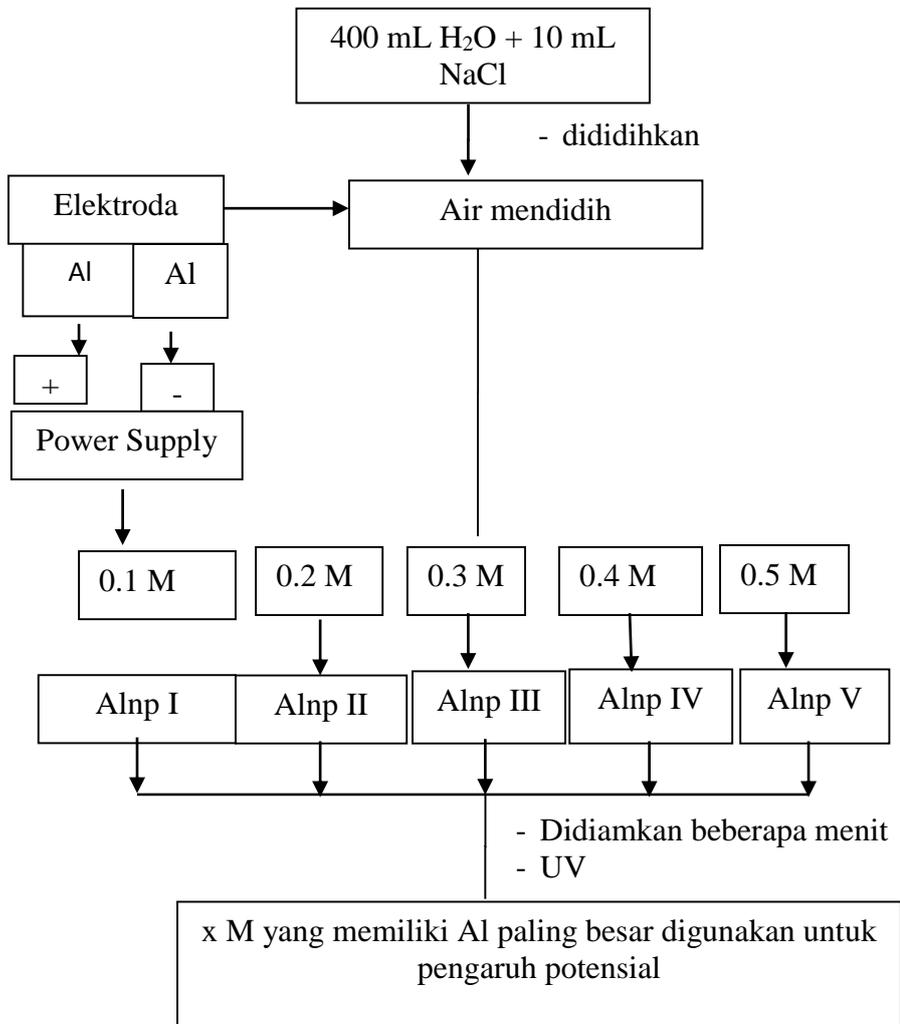
Pengamatan pada pola difaktogram X-ray Diffraction yang dihasilkan menunjukkan beberapa puncak alumina yang memiliki intensitas yang tinggi pada sudut 2θ diantaranya 31,8 °, 37,7 °, 45,6 °, 61,04 ° dan 66,9 °. Puncak difraksi dari alumina yang disintesis memiliki kesamaan dengan pola difraksi standar dari γ -Al₂O₃ (JCPDS No. 10-0425) (Liu dkk, 2008). Rajan dkk (2015), melaporkan hasil sintesis dan karakterisasi γ -Al₂O₃ nanopartikel dengan metode presipitasi. γ -Al₂O₃ yang dihasilkan digunakan untuk mengevaluasi efisiensi adsorpsi dari protein dan

sitoksitas terhadap sel kanker prostat. Hasil karakterisasi X-ray Diffraction γ -Al₂O₃ yang diperoleh pada sudut 2θ memiliki beberapa kesamaan puncak diantaranya 37,9°, 62,2°, 45,6°, 62,2° dan 66,7°. Kemudian Gangwar dkk (2015), melaporkan hasil karakterisasi X-ray Diffraction γ -Al₂O₃ pada sudut 2θ diantaranya 37,7°, 45,8°, 61,06° dan 66,9°. Ini berarti γ -Al₂O₃ telah diperoleh dengan menggunakan metode elektrokimia.

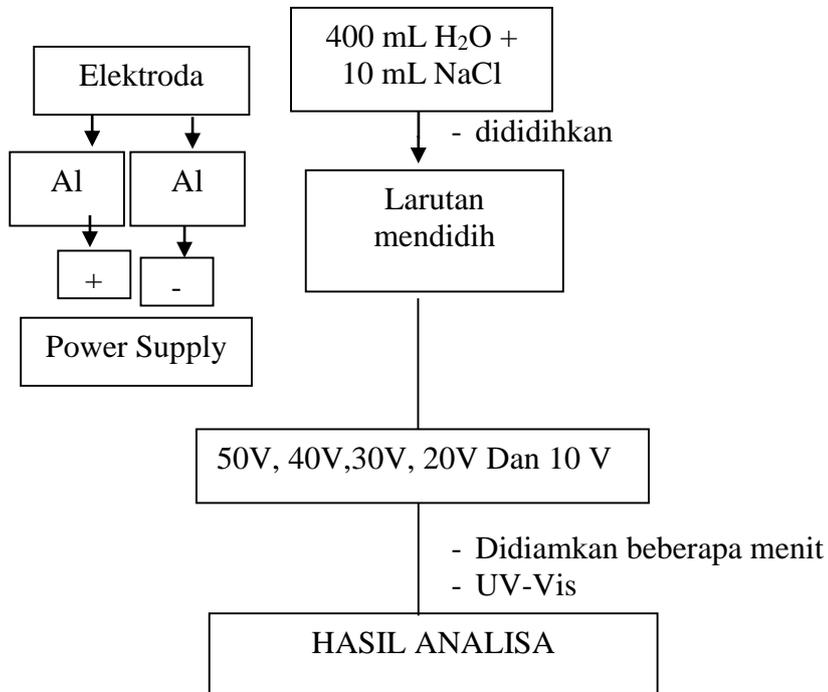
LAMPIRAN

A. SKEMA KERJA

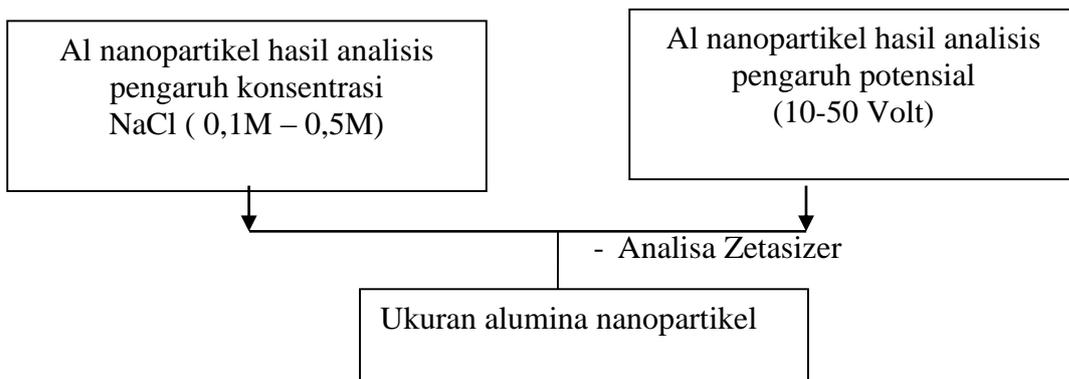
1. Pengaruh Konsentrasi NaCl untuk Sintesis Nanopartikel Alumina



2. Pengaruh Potensial Untuk Sintesis Nanopartikel Alumina



3. Karakterisasi Nanopartikel Alumina dengan Zetasizer



B. Hasil Analisa Xrf Logam Al

26-May-2016 11:35:27

Sample results - Averages

Page 1

Sample ident	
Aluminium	

Application	<Standardless>
Sequence	Average of 3
Measurement period - start	26-May-2016 11:24:14
Measurement period - end	26-May-2016 11:32:46
Position	1

Compound	Al	P	Ca	Ti	V	Cr
Conc	95.8 +/- 0.09	0.75 +/- 0.03	0.56 +/- 0.02	0.037 +/- 0.002	0.045 +/- 0.003	0.024 +/- 0.004
Unit	%	%	%	%	%	%

Compound	Mn	Fe	Ni	Cu	Zn	Ga
Conc	0.11 +/- 0.003	1.85 +/- 0.02	0.11 +/- 0.003	0.391 +/- 0.005	0.037 +/- 0.002	0.065 +/- 0.0005
Unit	%	%	%	%	%	%

Compound	Ba	Pr	Os
Conc	0.04 +/- 0.01	0.10 +/- 0.006	0.065 +/- 0.005
Unit	%	%	%

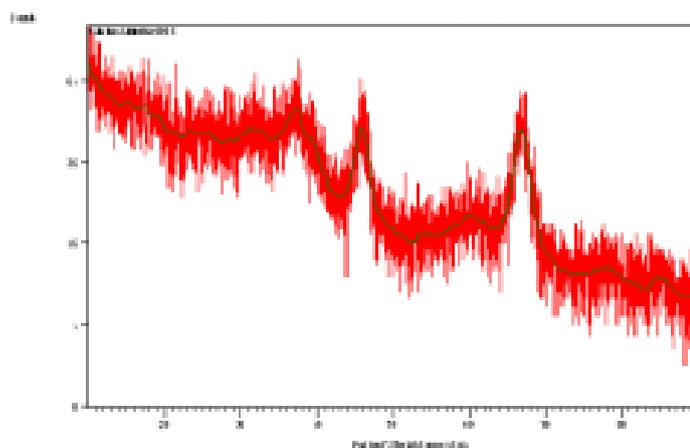
C. Hasil Analisis X-Ray Difrraction Al₂O₃

Date: 6/21/2016 Time: 12:40:58 PM File: Katinisasi alumina 600 C User: State Univ of Malang

Anchor Scan Parameters

Dataset Name: Katinisasi alumina 600 C
 File name: E:\V\Post Data\2016\NON UMNTS\54 Rahard\Katinisasi alumina 600 C.edml
 Sample Identification: Katinisasi alumina 600 C
 Comment: Configuration=Stage Flat Samples, Owner=User-1, Creation date=8/15/2009 2:20:30 PM
 Goniometer=PW3050/60 (Theta/Theta), Minimum step size 2Theta: 0.001, Minimum step size Omega: 0.001
 Sample stage=PW3071/ax Bracket
 Diffractometer system=PERT-PRD
 Measurement program=10-50 (0.03 deg per sec), Owner=User-1, Creation date=3/8/2013 10:05:34 AM
 6/21/2016 9:55:51 AM
 Measurement Date / Time: State Univ of Malang
 Operator: State Univ of Malang
 Raw Data Origin: XRD measurements (1-XRDML)
 Scan Axis: Goni
 Start Position [2Th.]: 10.0000
 End Position [2Th.]: 89.9900
 Step Size [2Th.]: 0.0200
 Scan Step Time (s): 0.7000
 Scan Type: Continuous
 Offset [2Th.]: 0.0000
 Divergence Slit Type: Fixed
 Divergence Slit Size [°]: 0.5670
 Specimen Length [mm]: 10.00
 Receiving Slit Size [mm]: 0.1000
 Measurement Temperature [°C]: 25.00
 Anode Material: Cu
 K-Alpha1 [Å]: 1.54060
 K-Alpha2 [Å]: 1.54443
 K-Beta [Å]: 1.38225
 K-A2 / K-A1 Ratio: 0.50000
 Generator Settings: 35 mA, 40 kV
 Diffractometer Type: 00000000110633758
 Diffractometer Number: 0
 Goniometer Radius [mm]: 240.00
 Dist. Focus-Diverg. Slit [mm]: 50.00
 Incident Beam Monochromator: No
 Spinning: No

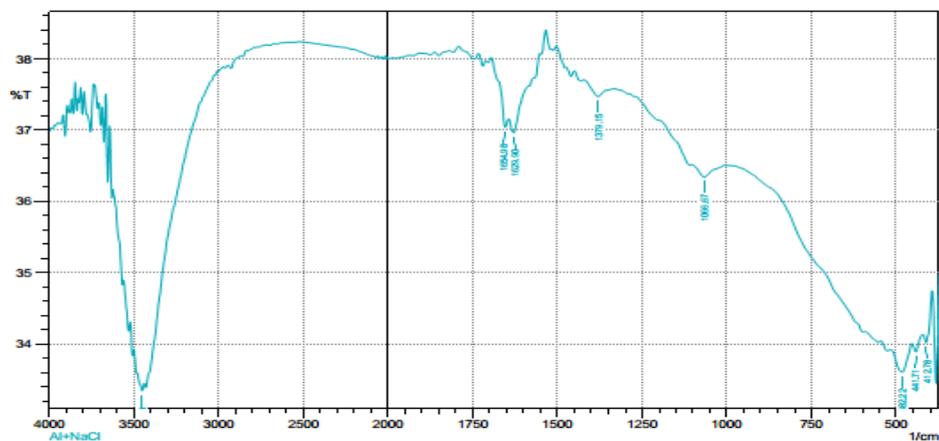
Graphics



Document History

D. Hasil Analisa FTIR Al₂O₃

SHIMADZU



	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	412.78	34.021	0.302	420.5	395.42	11.68	0.071
2	441.71	33.893	0.162	453.29	420.5	15.358	0.025
3	482.22	33.605	0.366	516.94	453.29	30.008	0.159
4	1066.67	36.342	0.169	1103.32	1006.88	42.288	0.086
5	1379.15	37.469	0.175	1423.51	1332.86	38.548	0.08
6	1629.9	36.964	0.315	1645.33	1585.54	25.627	0.08
7	1654.98	37.039	0.286	1695.49	1645.33	21.347	0.035
8	3452.7	33.343	0.155	3481.63	3439.19	20.188	0.046

Comment:
Al+NaCl

Date/Time: 5/9/2016 9:53:40 AM
No. of Scans:
Resolution:
Apodization:

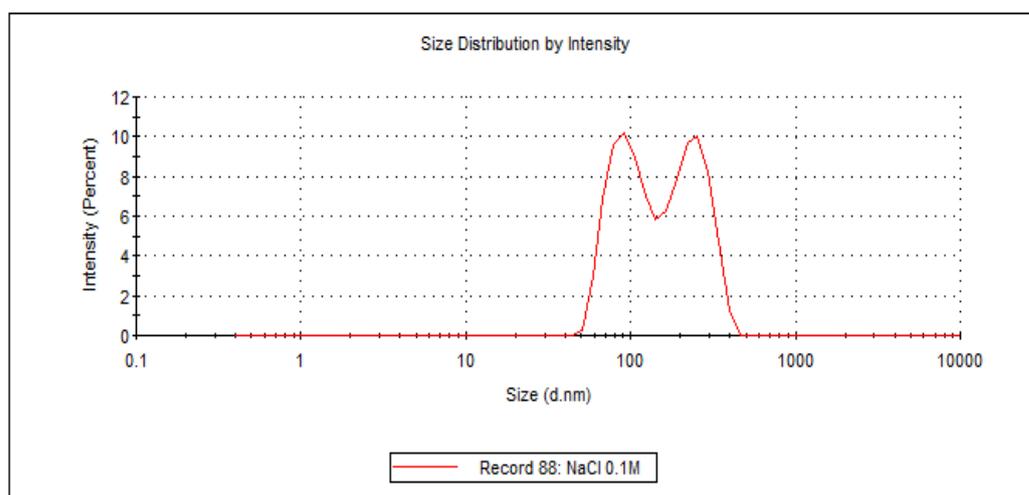
E. Analisa Ukuran Partikel (Zetasizer)

1. Pengaruh variasi konsentrasi NaCl

a) Konsentrasi NaCl 0,1 M

	Size (d.nm):	% Intensity:	St Dev (d.nm):
Z-Average (d.nm): 243.5	Peak 1: 233.7	51.1	64.17
Pdl: 0.338	Peak 2: 96.20	48.9	24.54
Intercept: 0.954	Peak 3: 0.000	0.0	0.000

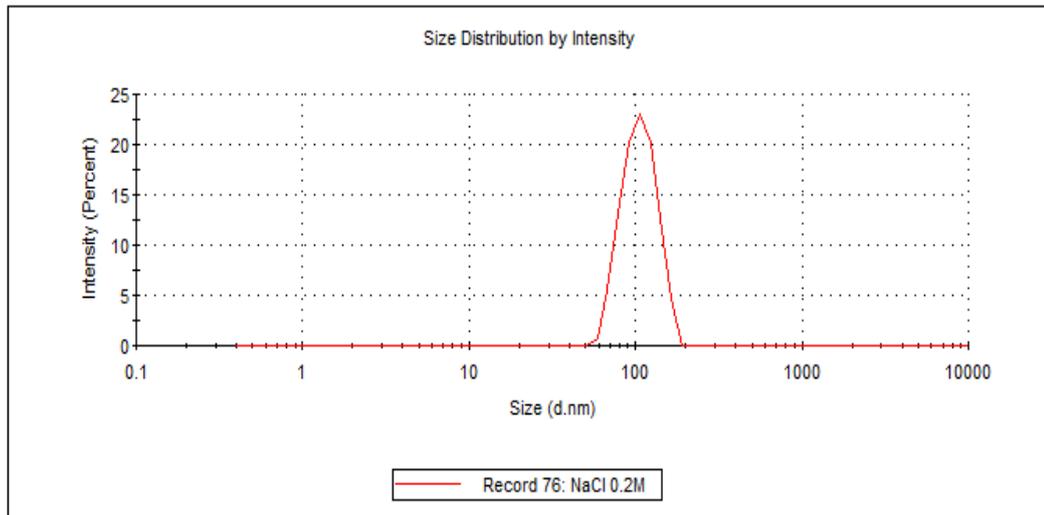
Result quality : Refer to quality report



b) Konsentrasi NaCl 0,2 M

	Size (d.nm):	% Intensity:	St Dev (d.nm):
Z-Average (d.nm): 300.0	Peak 1: 107.4	100.0	24.64
PdI: 0.344	Peak 2: 0.000	0.0	0.000
Intercept: 0.546	Peak 3: 0.000	0.0	0.000

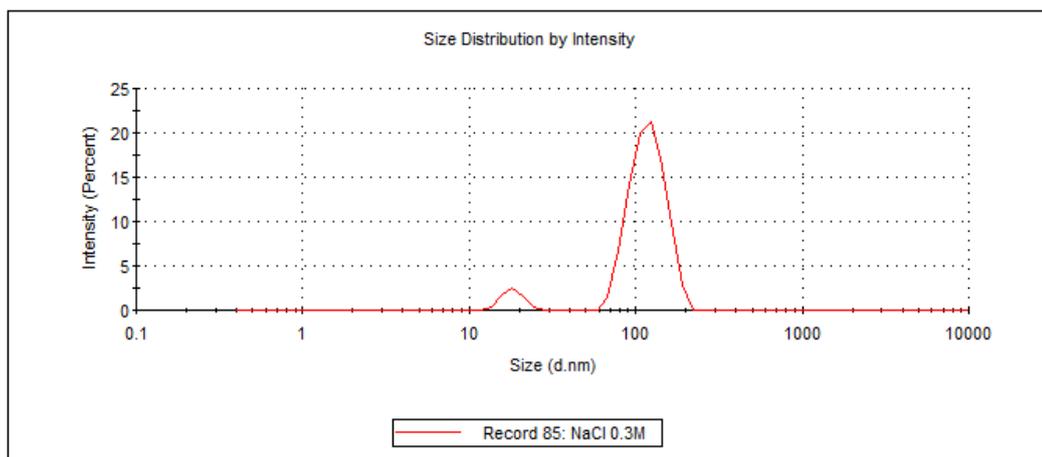
Result quality : Refer to quality report



c) Konsentrasi NaCl 0,3 M

	Size (d.nm):	% Intensity:	St Dev (d.nm):
Z-Average (d.nm): 389.7	Peak 1: 120.1	93.5	27.89
PdI: 0.364	Peak 2: 18.28	6.5	2.634
Intercept: 0.395	Peak 3: 0.000	0.0	0.000

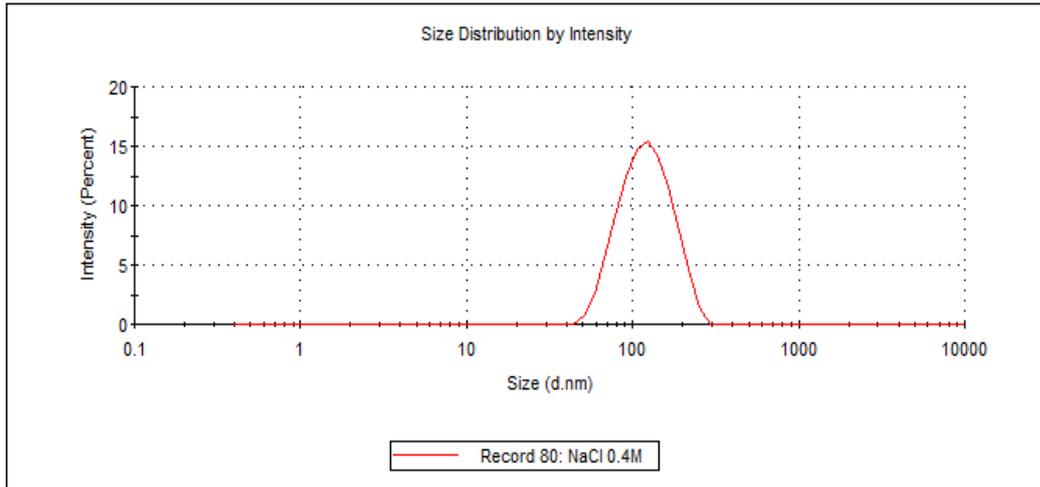
Result quality : Refer to quality report



d) Konsentrasi NaCl 0,4 M

	Size (d.nm):	% Intensity:	St Dev (d.nm):
Z-Average (d.nm): 159.3	Peak 1: 125.8	100.0	43.51
PdI: 0.191	Peak 2: 0.000	0.0	0.000
Intercept: 0.609	Peak 3: 0.000	0.0	0.000

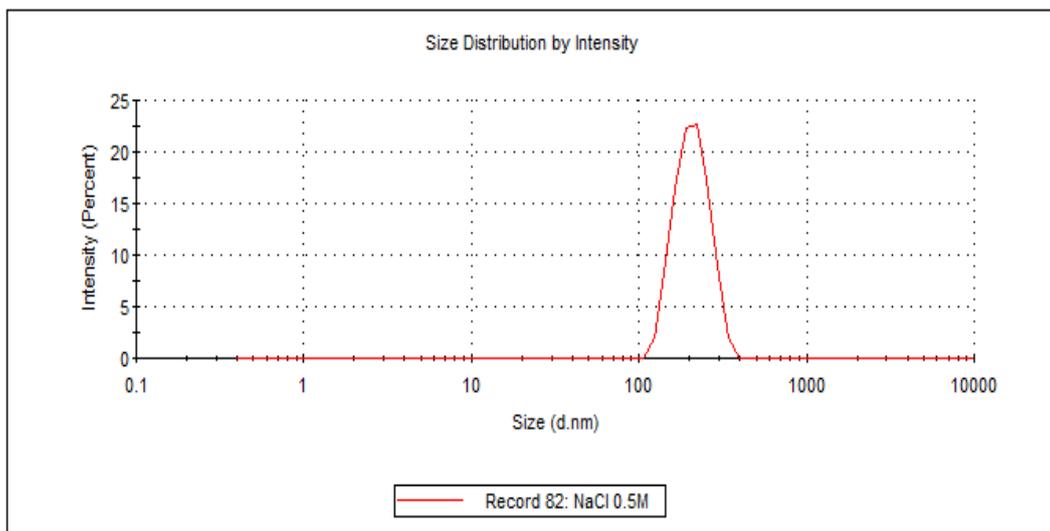
Result quality : Refer to quality report



e.) Konsentrasi NaCl 0.

	Size (d.nm):	% Intensity:	St Dev (d.nm):
Z-Average (d.nm): 270.4	Peak 1: 211.0	100.0	48.34
PdI: 0.316	Peak 2: 0.000	0.0	0.000
Intercept: 0.880	Peak 3: 0.000	0.0	0.000

Result quality : Refer to quality report

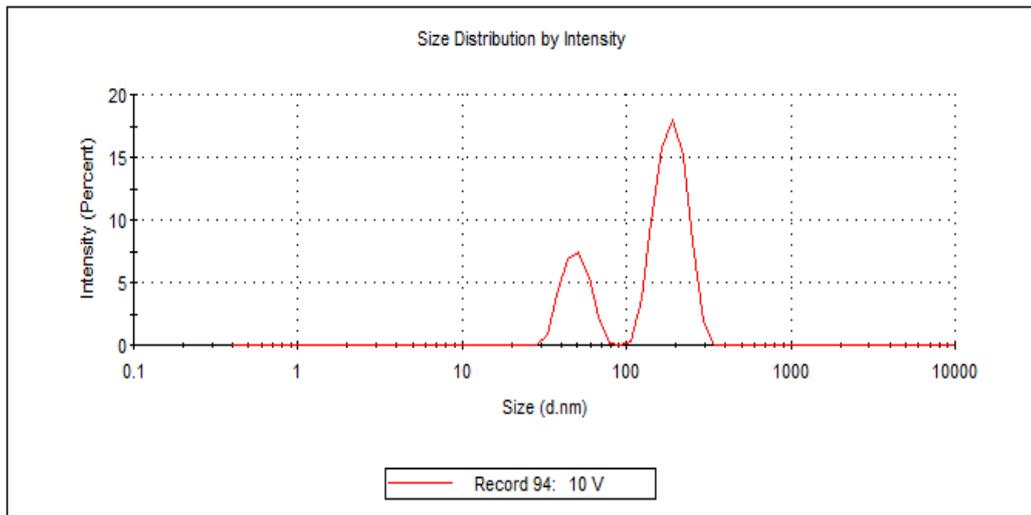


2. Pengaruh variasi potensial

a) Potensial 10 Volt

	Size (d.nm):	% Intensity:	St Dev (d.nm):
Z-Average (d.nm): 325.5	Peak 1: 190.5	72.9	40.90
PdI: 0.364	Peak 2: 49.69	27.1	9.393
Intercept: 0.825	Peak 3: 0.000	0.0	0.000

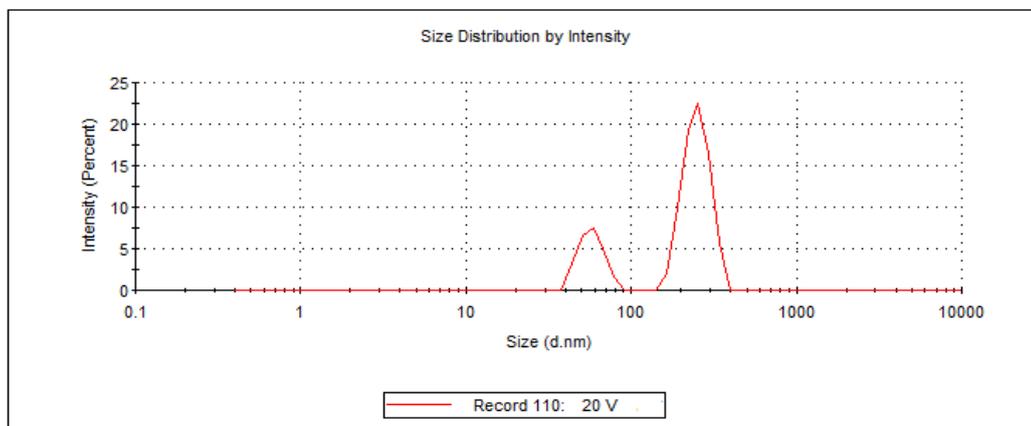
Result quality : Refer to quality report



b) Potensial 20 Volt

	Size (d.nm):	% Intensity:	St Dev (d.nm):
Z-Average (d.nm): 734.0	Peak 1: 250.4	76.2	44.47
PdI: 0.717	Peak 2: 57.76	23.8	9.564
Intercept: 0.813	Peak 3: 0.000	0.0	0.000

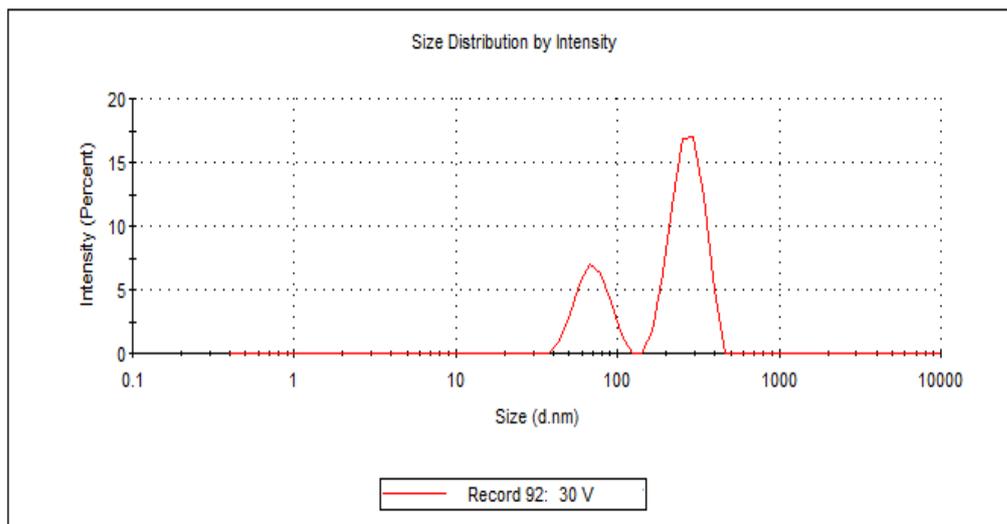
Result quality : Refer to quality report



c) Potensial 30 Volt

	Size (d.nm):	% Intensity:	St Dev (d.nm):
Z-Average (d.nm): 428.7	Peak 1: 275.5	71.5	58.59
Pdl: 0.448	Peak 2: 70.99	28.5	15.33
Intercept: 0.758	Peak 3: 0.000	0.0	0.000

Result quality : Refer to quality report

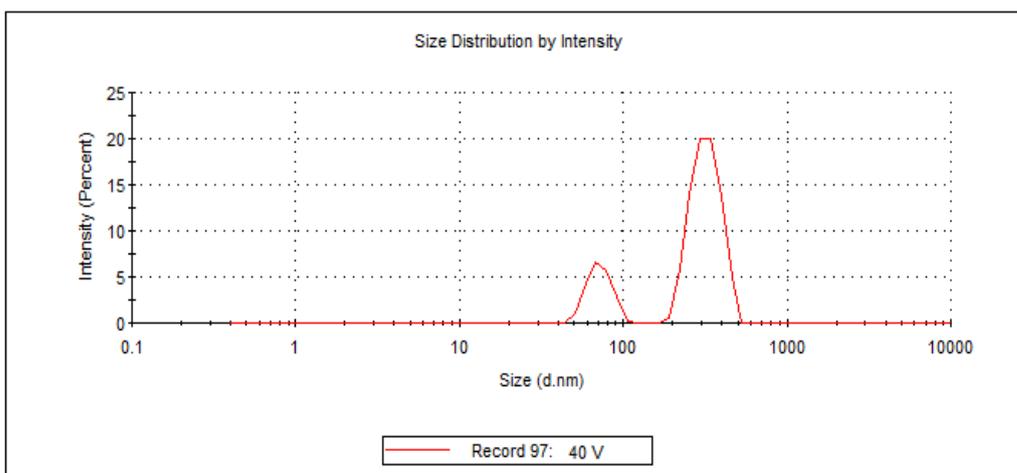


]

d) Potensial 40 Volt

	Size (d.nm):	% Intensity:	St Dev (d.nm):
Z-Average (d.nm): 552.2	Peak 1: 321.5	79.1	64.09
Pdl: 0.518	Peak 2: 71.72	20.9	11.93
Intercept: 0.604	Peak 3: 0.000	0.0	0.000

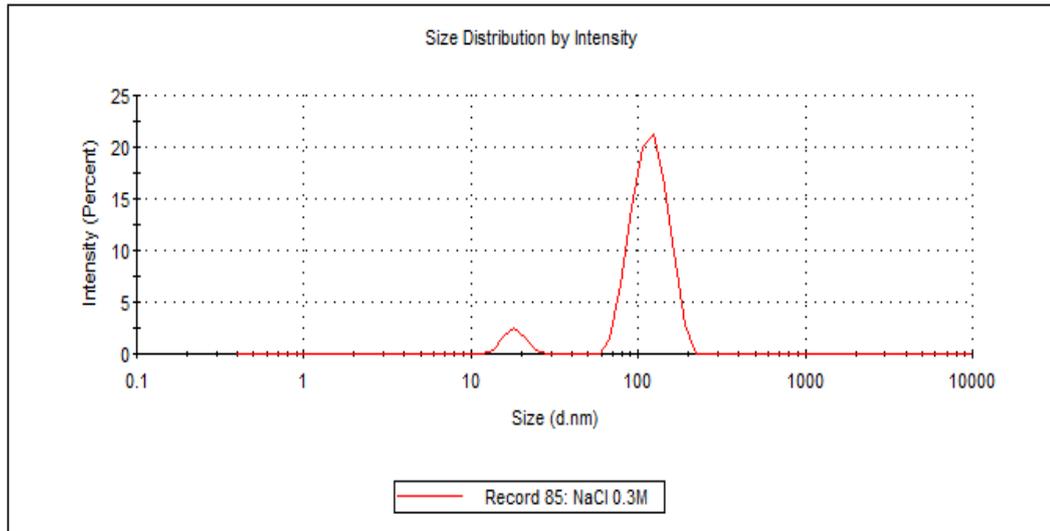
Result quality : Refer to quality report



e) Potensial 50 Volt

	Size (d.nm):	% Intensity:	St Dev (d.nm):
Z-Average (d.nm): 389.7	Peak 1: 120.1	93.5	27.89
PdI: 0.364	Peak 2: 18.28	6.5	2.634
Intercept: 0.395	Peak 3: 0.000	0.0	0.000

Result quality : Refer to quality report



” Halaman ini sengaja dikosongkan”

BAB V

KESIMPULAN DAN SARAN

5.1. Kesimpulan

Berdasarkan data yang diperoleh maka dapat disimpulkan bahwa Al_2O_3 nanopartikel dapat disintesis menggunakan metode elektrokimia secara elektrolisis dengan menggunakan logam aluminium sebagai prekursor. Hasil analisis ukuran partikel aluminium oksida yang diperoleh konsentrasi optimum NaCl pada 0,1 M dengan ukuran yang dihasilkan adalah 96,2 nm. Kemudian hasil analisis ukuran partikel aluminium oksida pada potensial optimum 10 V dengan ukuran partikelnya 49,69 nm. Semakin tinggi konsentrasi NaCl yang digunakan maka semakin meningkatnya ukuran nanopartikel Al_2O_3 . Begitupun potensial berpengaruh terhadap ukuran nanopartikel, dimana semakin besar potensial yang digunakan maka semakin besar juga ukuran Al_2O_3 nanopartikel yang terbentuk.

5.2. Saran

Saran untuk penelitian berikutnya adalah perlu dilakukan aplikasi Al_2O_3 nanopartikel untuk kebutuhan tertentu.

” Halaman ini sengaja dikosongkan”

DAFTAR PUSTAKA

- Abdullah, M., Yudistira V., Nirmin dan Khairurrijal, (2008), "Review : Sintesis Nanomaterial", *jurnal nanosains dan nanoteknologi*, Vol. 1, No. 2, juli 2008.
- Afkhamia, A., Mohammad S.T., Hasan B., (2010), "Simultaneous Removal Of Heavy-Metal Ions In Wastewater Samples Using Nano-Alumina Modified With 2,4-Dinitrophenylhydrazine", *Journal of Hazardous Materials*, 181, (2010), 836–844.
- Al-Mamun, S. A., Reiko, N., Takamasa, I., (2012), "Tuning The Size Of Aluminium Oxide Nanoparticles Synthesized By Laser Ablation In Water Using Physical And Chemical Approach", *journal of colloid and interface science*, 392, 172-182.
- Allagui, A., Rolf Wuthrich, (2011), "The Electrochemical Discharges For The Synthesis Of Nickel Oxide Nanoparticles: Characterization And Mechanism", *Electrochimica Acta*, 58, (2011), 12– 18.
- Araoyinbo, A.O., A.F.M. Noor, S. Sreekantan dan A. Aziz, (2010), "Voltage Effect On Electrochemical Anodization Of Aluminium At Ambient Temperature", *international journal of mechanical and materials engineering*, Vol. 5, (2010), No. 1, 53-58.
- Bahaabad, M. S., E dan Taheri-Nassaj, (2008), "Economical synthesis of nano alumina powder using an aqueous sol-gel method", *Materials Letters*, 62, (2008), 3364–3366.
- Basuki, K. T., Muhadi AW., Sudiby, (2009), "Pengaruh Ph Dan Tegangan Pada Pembuatan Serbuk Itrium Dari Konsentrat Itrium Hasil Proses Pasir Senotim Dengan Elektrolisis", Seminar Nasional Vsdm Teknologi Nuklir Yogyakarta, ISSN 1978-0176.
- Budipramana Yanatra., Suprpto., Taslim Ersam dan Fredy Kurniawan. (2014), "Synthesis Nickel Hidroksida By Electrolysis At High Voltage", *ARPJ Journal of Engineering and Applied Sciences*, VOL. 9, NO. 11, November 2014.
- Doak, J., Gupta, R.K., Manivannan, K., Ghosh, K., Kahol P.K, (2010), "Effect of Particle Size Distribution on Absorbance Spectra of Gold Nanoparticle", *physica E*, Vol, 42, hal 1605-1609.
- Fajaroh, F., Heru, S., Sugeng, W., R. Enggawati, I.G. Wardhani, Ratih Y.U., dan Kartikasari, (2010), "Stabilisasi Nanopartikel Magnetite Hasil Sintesis Dengan Metode Elektrokimia Melalui Pelapisan Silika Secara In-Situ", Seminar Rekayasa Kimia Dan Proses, 2010 ISSN : 1411-4216.

- Gangwar, j., Bipin Kumar ., Surya Kant dan Avanish Kumar. (2015),” Phase Dependent Thermal And Spectroscopic Responses Of Different Morphogenesis Of Al₂O₃ Nanostructures”, *The Royal Society of Chemistry*.
- Ghanizadeh, S., Xujin B.,Bala V. dan Jon Binner, (2013),” Synthesis of nano α -alumina powder susing hydrothermal and precipitation routes: a comparative study”,*Ceramics International*, 40, (2014), 1311–1319.
- Grillo, R., André H.R., Leonardo, F. F., (2014), “Engineered nanoparticles and organic matter: A Review Of The State-Of-The-Art”,*Chemosphere*, 119, (2015) 608–619.
- Han, S., Jinghui, C., Peng, Z., Pang, Q., (2011), “Characterization of Nanosized Al₂O₃ Powder Synthesized by Thermal-Assisted MOCVD and Plasma-Assisted MOCVD”, Vol. 30, No. 3, 2011.
- Hosseini, S.A., Aligholi Niaei, Dariush Salari, (2011), ” Production of γ -Al₂O₃ from Kaolin”, *Open Journal of Physical Chemistry*, 2011, 1, 23-27.
- Huang, C.J., Pin-Hsiang Chiu, Yeong-Her Wang, Wen Ray Chen,dan Teen Hang Meend, (2006),” Synthesis of the Gold Nanocubes by Electrochemical Technique”, *Journal of The Electrochemical Society*, 153,(8) D129-D133.
- Husna, Q., (2011), “*Optimasi Konsentrasi Na-Sitrat Dan Pengaruh Potensial Dalam Sintesis Emas Nanopartikel*” Tesis Magister., Institut Teknologi Sepuluh Nopember, Surabaya.
- Irawati U., Sunardi., Suraida, (2013), “*Sintesis Dan Karakterisasi Gamma Alumina (γ -Al₂O₃) Dari Kaolin Asal Tatakan, Kalimantan Selatan Berdasarkan Variasi Temperatur Kalsinasi*”, Universitas Lambung Mangkurat. Kalimantan Selatan.
- Jian-hong,Y., Sun You-yi, Gao Jian-feng, Xu Chun-yan, (2009),” Synthesis of crystalline γ -Al₂O₃ with high purity”, *Trans Nonferrousmet.Soc.China*, 19, (2009), 1237-1242.
- Kango, S., Susheel K., Annamaria, C., James, N., Youssef, H., Rajesh K., (2013), “Surface Modification Of Inorganic NanoparticlesFor Development Of Organic–Inorganic Nanocomposites :A Review”,*Progress in Polymer Science*, 38 (2013) 1232– 1261.
- Kattumuri, V., “*Gold Nanoparticles For Biomedical Applications: Synthesis, Characterization, In Vitro And In Vivo Studies*”, Disertasi, University of Missouri, Columbia.

- Ke-long, H., Yin Liang-guo, L Su-qin., LI Chao-jian., (2006), "Preparation and formation mechanism of Al₂O₃ nanoparticles by reverse microemulsion", *Trans Nonferrousmet.Soc.China*, 17 (2007) 633-637.
- Kumar,R., Vishnu P. dan Jasmeen S., (2013), "Alumina", *International Journal of Current Engineering and Technology* , ISSN 2277 – 4106.
- Liu Ye., Ding Ma., Xiuwen Han., Xinhe Bao., Wiebke Frandsen., Di Wang., Dangsheng Su, (2008), "Hydrothermal synthesis of microscale boehmite and gamma nanoleaves alumina", *Materials Letters* 62 (2008) 1297–1301.
- Mahmoud,A.K., (2014), " Production of Alumina Nanoparticles (Al₂O₃) using Pulsed Laser Ablation Technique in Distilled Water Solution", *International Journal of Current Engineering and Technology* ,E-ISSN 2277 – 4106, 2347 – 5161.
- Mirjalili, F., Hasmaliza, M., Luqman, C., (2011), "Preparation of nano-scale α -Al₂O₃ powder by the sol-gel method", *Original papers*.
- Mishra, S., R. Ranjana, K. Balasubramanian, (2012), " Development Of Nano-Alumina Based Ceramic Components For High Heat Flux Insulation Applications Under Dynamic Load", *Journal of Alloys and Compounds*, 524, (2012), 83– 86.
- Mukherjee S.K ., S. Kumar dan P. K. Srivastava (2005), " Effect of Over Voltage on Material Removal Rate During Electrochemical Machining", *Journal of Science and Engineering*, Vol. 8, No 1, pp. 2328.
- Mohanraj VJ., Y Chen, (2006), "Nanoparticles – A Review", *Tropical Journal of Pharmaceutical Research*, June 2006; 5 (1): 561-573.
- Natter H., R Hempelmann, (2003), Tailor-Made Nanomaterials Designed By Electrochemical Methods, *Electrochimica Acta* 49 (2003) 51–61.
- Nayak , P. S., B. K. Singh, (2007), "Instrumental characterization of clay by XRF, XRD and FTIR", *Bull. Mater. Sci.*, Vol. 30, No. 3, pp. 235–238.
- Pathak L.C., T.B. Singh., S. Das., A.K. Verma P. Ramachandrarao., (2002), "Effect of pH On The Combustion Synthesis Of Nano-Crystalline Alumina Powder", *Materials Letters*, 57, (2002), 380–385.
- Rajan, Y.S., Baskaran, S. I dan Bing, H.C. (2015), "Synthesis and Characterization of Poly(G-Glutamic Acid)-Based Alumina Nanoparticles with their Protein Adsorption Efficiency and Cytotoxicity Towards Human Prostate Cancer Cells", *RSC Adv.*, 2015, 5, 15126–15139.

- Rogojan, R., Ecaterina, A., Cristina, G., Bogdan, S.V. (2011), "Synthesis And Characterization Of Alumina Nano-Powder Obtained By Sol-Gel Method", *U.P.B. Sci. Bull*, Series B, Vol. 73, Iss. 2, 2011.
- Qi, Y., (2011), "Synthesis of γ -Al₂O₃ nanowires through a boehmite precursor route", *Bull. Mater. Sci.*, Vol. 34, No. 2, April 2011, pp. 239–244.
- Sastrohamidjojo., Hardjono, "Spektroskopi", Edisi kedua, Liberty Y, Yogyakarta.
- Sayiner, G., F. Kandemirli. dan A. Dimoglo. (2008), "Evaluation of Boron Removal by Electrocoagulation Using Iron and Aluminum Electrodes", *Desalination* 230 (2008) 205–212.
- Tok, A.I.Y., F.Y.C. Boey., X.L Zhao,(2006), "Novel synthesis of Al₂O₃ nanoparticles by flame spray pyrolysis" *Journal of Materials Processing Technology*, 178, (2006), 270–273.
- Ulyani, V., (2008), "Reaksi Katalisis Oksidasi Vanili Menjadi Asam Vanilat Menggunakan Katalis TiO₂-Al₂O₃ (1:1) yang dibuat dengan PEG 600", Skripsi, Universitas Indonesia, Depok.
- Wu J.M., (2011), "Nano-Sized Amorphous Alumina Particles Obtained By Ball Milling ZnO and Al Powder Mixture", *Materials Letters*, 48, 2001, 324–330.
- Wang, J, (2006), *Analytical Electrochemistry*, 3rd edition, Jhon Wiley & sons, Inc., New York.
- Zaki, T., Nermen H.M., Maher I.N., H. A. El Salam, (2012), "Characterization And Application Of Nano-Alumina Sorbents For Desulfurization And Dearomatization Of Suez Crude Petrolatum", *Fuel Processing Technology*, 106, (2013), 625–630.
- Zivar G., Z., D.A, Shouri, S. Mousavian, A. H. Ghandi dan Y. Rahnama, (2012), "Surface Modified Al₂O₃ In Fluorinated Polyimide/Al₂O₃ Nanocomposites: Synthesis And Characterization", *Bull. Mater. Sci.*, Vol. 35, No. 6, November 2012, pp. 925–931.

BIODATA PENULIS



Maria Magdalena Kolo, dilahirkan di Kefamenanu - NTT pada tanggal 22 September 1989 dan merupakan anak kedua dari 5 bersaudara pasangan Bapak Antonius Taeki dan Ibu Paulina Mamulak. Penulis telah menempuh pendidikan formal di SDK Leob Kefamenanu (1995-2001), SMP Negeri 1 Kefamenanu (2001-2004) dan SMA Negeri 1 Kefamenanu (2004-2007). Penulis melanjutkan jenjang pendidikan S1 (2007-2012) di Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknik Universitas Nusa Cendana melalui jalur SNMPTN. Selama kuliah S1, penulis mengambil riset di bidang minat Kimia Analitik. Setelah mendapatkan gelar sarjana, penulis memperoleh beasiswa Pra-S2 Saintek (DIKTI) dan melanjutkan studi S2 di jurusan Kimia FMIPA Institut Teknologi Sepuluh November. Penulis tercatat sebagai mahasiswa S2 Kimia angkatan 2014 dengan nomor registrasi pendaftaran (NRP). 1414201 040. Pada akhir masa studi, penulis melakukan penelitian di bidang minat Kimia Analitik, dibawah bimbingan Bapak Dr. rer.nat. Fredy Kurniawan, M.Si

Email : mariamagdalenachem89@gmail.com

Mobile: 0822 3142 7600