



SKRIPSI

**SINTESIS  $\text{Al}_2\text{O}_3$  NANOPARTIKEL MENGGUNAKAN  
METODE ELEKTROKIMIA DALAM LARUTAN  
NATRIUM SITRAT**

**SILMI DIAH ANGGRAENI  
NRP. 0121134000089**

**Pembimbing I  
Dr. rer. nat. Fredy Kurniawan, M.Si.**

**Pembimbing II  
Dra. Ita Ulfin, M.Si.**

**DEPARTEMEN KIMIA  
FAKULTAS ILMU ALAM  
INSTITUT TEKNOLOGI SEPULUH NOPEMBER  
SURABAYA  
2018**



SCRIPT

**SYNTHESIS OF  $Al_2O_3$  NANOPARTICLES BY  
ELECTROCHEMICAL METHOD IN SODIUM CITRATE  
SOLUTION**

**SILMI DIAH ANGGRAENI  
NRP. 0121134000089**

**Advisor Lecturer I  
Dr. rer. nat. Fredy Kurniawan, M.Si.**

**Advisor Lecturer II  
Dra. Ita Ulfin, M.Si.**

**CHEMISTRY DEPARTMENT  
FACULTY OF NATURAL SCIENCES  
SEPULUH NOPEMBER INSTITUTE OF TECHNOLOGY  
SURABAYA  
2018**

**SINTESIS  $\text{Al}_2\text{O}_3$  NANOPARTIKEL MENGGUNAKAN  
METODE ELEKTROKIMIA DALAM LARUTAN  
NATRIUM SITRAT**

**SKRIPSI**

Disusun untuk Memenuhi Salah Satu Syarat Memperoleh Gelar  
Sarjana Program Studi S-1  
Departemen Kimia  
Fakultas Ilmu Alam  
Institut Teknologi Sepuluh Nopember  
Surabaya

Oleh:

**SILMI DIAH ANGGRAENI**  
**NRP. 0121134000089**

**DEPARTEMEN KIMIA  
FAKULTAS ILMU ALAM  
INSTITUT TEKNOLOGI SEPULUH NOPEMBER  
SURABAYA  
2018**

## LEMBAR PENGESAHAN

### SINTESIS $\text{Al}_2\text{O}_3$ NANOPARTIKEL MENGGUNAKAN METODE ELEKTROKIMIA DALAM LARUTAN NATRIUM SITRAT

#### SKRIPSI

Disusun Oleh:

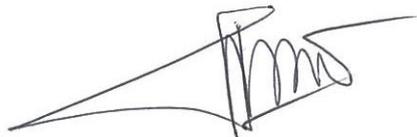
**SILMI DIAH ANGGRAENI**  
**NRP. 0121134000089**

Surabaya, 14 Maret 2018

Menyetujui,

Dosen Pembimbing I

Dosen Pembimbing II



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



Dra. Ita Ulfin, M.Si.  
NIP. 19650426 198903 2 002

Mengetahui,  
Kepala Departemen Kimia



Prof. Dr. Didik Prasetyoko, M.Sc.  
NIP. 19710616 199703 1 002

## Sintesis Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Nanopartikel Menggunakan Metode Elektrokimia dalam Larutan Natrium Sitrat

Nama : Silmi Diah Anggraeni  
NRP : 0121134000089  
Departemen : Kimia  
Dosen Pembimbing : Dr. rer. nat. Fredy Kurniawan, M.Si.

### ABSTRAK

Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> nanopartikel (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> NPs) telah disintesis melalui metode elektrokimia. Sintesis dilakukan dengan menggunakan sel elektrolisis. Digunakan larutan natrium sitrat sebagai elektrolit dan logam aluminium sebagai anoda dan katoda. Pada sintesis ini dilakukan studi pengaruh potensial (5-50 V), konsentrasi elektrolit (0,02-0,42 M) dan waktu elektrolisis (15-75 menit) terhadap pembentukan Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> NPs. Kondisi optimum diperoleh pada potensial 40 V, konsentrasi elektrolit 0,18 M dan waktu elektrolisis 45 menit dengan puncak absorbansi pada 234 nm. Difraktogram XRD menunjukkan bahwa produk Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> NPs yang diperoleh sesuai dengan standar JCPDS 046-1131 untuk δ-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> dan JCPDS 023-1009 untuk θ-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. Hasil analisa TEM-EDX menunjukkan bahwa Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> NPs yang diperoleh memiliki ukuran partikel 36-63 nm dengan komposisi Al sebesar 7,08 % dan komposisi O sebesar 82,65%. Dari hasil analisa XRD, EDX dan TGA-DTA ditemukan adanya natrium sitrat sebagai zat pengotor. Panjang gelombang maksimum hasil pengukuran UV-Vis diuji menggunakan ANOVA dan LSD. Distribusi ukuran partikel dianalisis menggunakan *zetasizer*.

**Kata Kunci:** Aluminium, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, nanopartikel, elektrokimia.

## Synthesis Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Nanoparticles by Electrochemical Method in Sodium Citrate Solution

Name : Silmi Diah Anggraeni  
NRP : 0121134000089  
Department : Chemistry  
Advisor : Dr. rer. nat. Fredy Kurniawan, M.Si.

### ABSTRACT

Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> nanoparticles (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> NPs) have been synthesized using electrochemical method. The synthesis was conducted by electrolysis. Sodium citrate solution was used as an electrolyte and aluminium metal plat were used as both anode and cathode. The formation of Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> NPs was investigated on the variation of potential (5-50 V), electrolyte concentration (0,02-0,42 M) and electrolysis time (15-75 minutes). Optimum condition was reached at potential of 40 V in 0,18 sodium citrate solution during 45 minutes electrolysis process. Absorbance band peak was found at maximum wavelength of 234 nm. XRD diffractogram indicated that the obtained product has similar pattern with Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> according to standart of JCPDS 046-1131 for  $\delta$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> and JCPDS 023-1009 for  $\theta$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. The TEM-EDX result shows that the size of Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> NPs were around 36-63 nm with Al composition of 7,08 % and O composition of 82,65%. XRD, EDX and TGA-DTA analysis results identify the presence of sodium citrate as an impurity. Maximum wavelength from UV-Vis measurement results were tested using ANOVA and LSD. The size distribution was measured using *zetasizer*.

**Key Words:** Aluminium, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, nanoparticles, electrochemical.

## KATA PENGANTAR

*Alhamdulillahirobbil'alamin.* Puji syukur penulis panjatkan kepada Allah SWT atas rahmat dan hidayah-Nya sehingga skripsi yang berjudul “**Sintesis Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Nanopartikel Menggunakan Metode Elektrokimia dalam Larutan Natrium Sitrat**” dapat diselesaikan dengan baik. Tulisan ini tidak akan terwujud dengan baik tanpa bantuan dan dukungan dari semua pihak, untuk itu penulis sangat berterimakasih kepada:

1. Dr. rer. nat. Fredy Kurniawan, M.Si., selaku dosen pembimbing yang telah memberikan bimbingan dan pengarahan dalam proses penyelesaian naskah ini.
2. Dra. Ita Ulfin, M.Si., selaku dosen pembimbing II yang telah memberikan bimbingan dan pengarahan dalam proses penyelesaian naskah ini.
3. Prof. Dr. Didik Prasetyoko, M.Sc., selaku Kepala Departemen Kimia yang telah memberikan fasilitas sehingga naskah ini dapat diselesaikan.
4. Nurul Widiastuti, M.Si., Ph.D., selaku dosen wali atas pengarahan dalam pengambilan mata kuliah.
5. Ibunda Jumini Suyekti dan Ayahanda Cahyo Pramono, kakak Anthony Satriyo Utomo, kakak Farah Alviah Yuliani, nenek Suyekti, serta seluruh keluarga atas dukungan dan kasih sayang yang tiada henti.
6. Laboratorium Teknologi Produksi dan Manajemen Perkapalan ITS, yang telah bersedia meminjamkan fasilitas.
7. Bahrul Ulum, selaku partner kerja yang senantiasa membantu dalam proses penyelesaian naskah ini.
8. Kartika Anoraga Madurani, Maria Magdalena Kolo, teman-teman Pusat Kajian Halal dan Laboratorium Instrumentasi dan Sains Analitik ITS atas semua bantuannya.

9. Sahabat Zulfah Hernida Damayanti, Ismi Qurratul ‘Uyun, Ova Maratus Shafwah, Ranny Etna Melati, Lia Harmelia, Cyntia Lusiana, Mulyasari Kusumadewi, Furie Indriani Prastiwi, Andriana Rafika Sari, teman-teman ANORTHITE, WINNER dan semua pihak yang namanya tak dapat penulis sebutkan satu persatu atas semua motivasi, bantuan dan perhatian dalam penyusunan naskah ini.

Penulis menyadari bahwa masih terdapat kekurangan dalam penyusunan naskah ini. Penulis mengharapkan saran yang bersifat membangun terhadap tulisan ini. Semoga naskah ini memberikan manfaat dan inspirasi terutama bagi pihak-pihak yang menekuni bidang terkait dengan yang penulis kerjakan.

Surabaya, 14 Maret 2018

Penulis

*for my dreams  
and my parents, of course*

## DAFTAR ISI

<b>LEMBAR PENGESAHAN</b> .....	iv
<b>ABSTRAK</b> .....	v
<b>ABSTRACT</b> .....	vi
<b>KATA PENGANTAR</b> .....	vii
<b>DAFTAR ISI</b> .....	x
<b>DAFTAR GAMBAR</b> .....	xiii
<b>DAFTAR TABEL</b> .....	xv
<b>DAFTAR LAMPIRAN</b> .....	xvi
<b>BAB I PENDAHULUAN</b> .....	1
1.1 Pendahuan.....	1
1.2 Permasalahan .....	2
1.3 Tujuan Penelitian .....	3
1.4 Manfaat Penelitian .....	3
<b>BAB II TINJAUAN PUSTAKA</b> .....	5
2.1 Aluminium dan Aluminium Nanopartikel.....	5
2.2 Natrium Sitrat .....	6
2.3 Nanopartikel.....	7
2.4 Elektrokimia.....	9
2.5 Spektroskopi Ultraviolet dan Sinar Tampak (UV-Vis) untuk Karakterisasi Nanopartikel .....	11
2.6 Difraksi Sinar – X (XRD) untuk Karakterisasi Nanopartikel.....	18
2.7 <i>Transmission Electron Microscope</i> (TEM) untuk Karakterisasi Nanopartikel .....	21

2.8	<i>Energy Dispersive X-ray</i> (EDX) untuk Karakterisasi Nanopartikel.....	25
2.9	<i>Zetasizer Nano Series</i> untuk Karakterisasi Nanopartikel .....	26
2.10	Analisis termal untuk Karakterisasi Nanopartikel .....	28
<b>BAB III METODOLOGI PENELITIAN .....</b>		<b>35</b>
3.1	Alat dan Bahan.....	35
3.1.1	Peralatan.....	35
3.1.2	Bahan .....	35
3.2	Prosedur Penelitian .....	35
3.2.1	Preparasi Elektroda Aluminium .....	35
3.2.2	Pembuatan Larutan Natrium Sitrat .....	36
3.2.3	Rangkaian Sel Elektrolisis.....	37
3.2.4	Sintesis Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> NPs (Pengaruh Potensial) dan Karakterisasi UV-Vis .....	37
3.2.5	Sintesis Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> NPs (Pengaruh Konsentrasi Elektrolit) dan Karakterisasi UV-Vis.....	38
3.2.6	. Sintesis Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> NPs (Pengaruh Waktu Elektrolisis) dan Karakterisasi UV-Vis.....	38
3.2.7	Karakterisasi XRD Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> NPs.....	39
3.2.8	Karakterisasi TEM-EDX Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> NPs .....	39
3.2.9	Karakterisasi <i>Zetasizer</i> Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> NPs .....	39
3.2.10	Karakterisasi TGA-DTA Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> NPs .....	40
<b>BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN .....</b>		<b>41</b>
4.1	Sintesis Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> NPs .....	41
4.2	Analisa Reaksi .....	42
<b>BAB V KESIMPULAN.....</b>		<b>47</b>

5.1 Kesimpulan .....	47
5.2 Saran .....	47
<b>DAFTAR PUSTAKA .....</b>	<b>49</b>
<b>LAMPIRAN.....</b>	<b>55</b>
<b>BIODATA PENULIS.....</b>	<b>57</b>

## DAFTAR GAMBAR

<b>Gambar 2. 1</b>	Logam aluminium .....	5
<b>Gambar 2. 2</b>	Klasifikasi struktur nano berdasarkan dimensi .....	7
<b>Gambar 2. 3</b>	Elektrolisis NaCl cair .....	10
<b>Gambar 2. 4</b>	Skema spektrofotometer <i>single-beam</i> konvensional .....	13
<b>Gambar 2. 5</b>	Spektra UV-Vis Ni(OH) <sub>2</sub> nanopartikel yang diperoleh dalam natrium sitrat 0,1 - 0,5 M pada potensial 55 V.....	14
<b>Gambar 2. 6</b>	Spektra UV-Vis Ni(OH) <sub>2</sub> nanopartikel yang diperoleh dalam natrium sitrat 0,3 M pada potensial 10 – 55 V .....	14
<b>Gambar 2. 7</b>	Spektra UV-Vis SnO <sub>2</sub> nanopartikel pada variasi potensial .....	15
<b>Gambar 2. 8</b>	Spektra UV-Vis SnO <sub>2</sub> nanopartikel pada variasi konsentrasi.....	16
<b>Gambar 2. 9</b>	Spektra UV-Vis Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> nanopartikel pada variasi konsentrasi.....	17
<b>Gambar 2. 10</b>	Spektra UV-Vis Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> nanopartikel pada variasi potensial .....	17
<b>Gambar 2. 11</b>	Ilustrasi Hukum Bragg .....	18
<b>Gambar 2. 12</b>	Pola difraksi sinar x : (a) pola linier pada kristal ideal, (b) pola pada kristal nyata dan (c) puncak yang melebar pada nanokristal. ....	19
<b>Gambar 2. 13</b>	Perbandingan pola XRD logam aluminium bulk dengan aluminium nanopartikel yang disintesis dengan teknik EEW .....	20
<b>Gambar 2. 14</b>	Pola XRD hasil sintesis Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> nanopartikel dengan metode elektrolisis .....	21
<b>Gambar 2. 15</b>	Ilustrasi TEM .....	22
<b>Gambar 2. 16</b>	Hasil analisis TEM nanopartikel Al pada medium argon : (a) $W_m = 1,6$ ; (b) $W_m = 2,5$ ; (c) fragmen nanopartikel terlapis alumina ditunjukkan oleh tanda panah ( $P_{Ar} = 0,5$ Mpa; $d_0 = 0,38$ mm).....	23

<b>Gambar 2. 17</b>	Struktur nanopartikel Al pada suhu argon $-5^{\circ}\text{C}$ ..	23
<b>Gambar 2. 18</b>	(a) Hasil analisis TEM nanopartikel Al pada medium nitrogen, (b) distribusi ukuran nanopartikel ( $d_0 = 0,38 \text{ nm}$ ; $W_m = 2,0$ ; $P_N = 0,3 \text{ MPa}$ dan ukuran rata-rata partikel $a_n = 70 \text{ nm}$ ) ....	24
<b>Gambar 2. 19</b>	Analisis TEM untuk nanopartikel yang dihasilkan melalui ablasi Al <i>bulk</i> dalam etanol dengan radiasi laser fs .....	24
<b>Gambar 2. 20</b>	Hasil analisis SEM dan spektra EDX bahan nanoporous yang terbuat dari : (a) platinum murni, (b) 1:1 emas-paladium, (c) 3:1 emas-perak dan (d) kain katin dengan nanopartikel perak .....	25
<b>Gambar 2. 21</b>	Ilustrasi analisis <i>zetasizer</i> .....	27
<b>Gambar 2. 22</b>	Ukuran $\text{Al}_2\text{O}_3$ nanopartikel pada variasi konsentrasi.....	27
<b>Gambar 2. 23</b>	Ukuran $\text{Al}_2\text{O}_3$ nanopartikel pada variasi potensial .....	28
<b>Gambar 2. 24</b>	Ilustrasi kurva TGA-DTG $\text{CaC}_2\text{O}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ .....	31
<b>Gambar 2. 25</b>	Grafik TGA-DTA untuk AAO .....	33
<b>Gambar 2. 26</b>	Kurva DTA-TGA untuk dekomposisi tembakau (T), natrium sitrat (NaC) dan kalium sitrat (KC) dalam atmosfer $\text{N}_2$ .....	34
<b>Gambar 3. 1</b>	Elektroda Al (a) sebelum dilapisi <i>heat shrink</i> , (b) setelah dilapisi <i>heat shrink</i> .....	36
<b>Gambar 3. 2</b>	Rangkaian sel elektrolisis .....	37

## DAFTAR TABEL

<b>Tabel 2. 1</b>	Karakteristik umum dan klasifikasi struktur nano.....	8
<b>Tabel 4. 1</b>	Rata-rata selisih massa anoda untuk pengaruh potensial .....	44
<b>Tabel 4. 2</b>	Rata-rata selisih massa anoda untuk pengaruh konsentrasi elektrolit .....	45
<b>Tabel 4. 3</b>	Rata-rata selisih massa anoda untuk pengaruh waktu elektrolisis .....	45

## **DAFTAR LAMPIRAN**

LAMPIRAN A : SKEMA KERJA.....	55
-------------------------------	----

# BAB I

## PENDAHULUAN

### 1.1 Pendahuluan

Material berukuran nano dan nano dimensional telah menarik minat banyak ilmuwan di berbagai bidang. Hal ini dikarenakan struktur material nano dapat meningkatkan sifat fisik, kimia dan biologi secara signifikan. Oleh sebab itu, nanoteknologi muncul sebagai terobosan baru yang memiliki implikasi luas di semua bidang sains dan teknologi seperti ilmu material, mekanik, elektronika, optik, obat-obatan, plastik, energi, tekstil, *aerospace* (Joshi, dkk., 2008), sensor (Fitriyana dan Kurniawan, 2015 dan Zulkarnain, dkk., 2016) dan lain sebagainya. Nanopartikel logam menunjukkan beberapa sifat fisik dan kimia yang baru. Hal ini dikarenakan kecilnya ukuran, permukaan, ukuran kuantum dan kuantum *tunnel effect* yang menjadi karakteristik utama dari nanopartikel (Kassae dan Buazar, 2009).

Salah satu logam yang dapat digunakan dalam sintesis nanopartikel adalah aluminium (Al). Diantara logam-logam lainnya, Al memainkan peran penting dalam dunia material karena sifatnya yang tak biasa, seperti ringan, berkekuatan tinggi, tahan terhadap korosi, serta memiliki konduktivitas listrik dan termal yang tinggi (Mahendiran, dkk., 2009). Al memiliki titik leleh yang rendah ( $660^{\circ}\text{C}$ ), sehingga bentuk nanopartikelnya dapat dengan mudah dihasilkan. Selain itu, aluminium nanopartikel (Al NPs) dianggap sebagai bahan bakar yang dapat digunakan dalam aplikasi material energik tingkat lanjut seperti propelan dan kembang api, karena memiliki luas permukaan yang tinggi. Sehingga pelepasan panas yang terjadi selama oksidasi eksotermalnya lebih sempurna. Al NPs dapat digunakan sebagai *building blocks* untuk material dengan kapasitas hidrogen tinggi. Hal ini disebabkan oleh kemampuan aluminium metalik yang

dapat membentuk hidrogen saat direaksikan dengan air. Al NPs memiliki sifat optik yang khas, sehingga dapat digunakan dalam aplikasi optoelektronik seperti *surface-enhanced Raman scattering* (SERS), *metal-enhanced fluorescence* untuk deteksi biomolekul dan *broad-band wiregrid polarizers* (Kuladeep, dkk., 2013).

Al NPs dapat disintesis menggunakan berbagai macam teknik, meliputi teknik fasa-padat, fasa-cair dan fasa-gas (Ghorbani, 2014). Elektrokimia merupakan salah satu metode dari teknik fasa-cair yang berpotensi untuk digunakan dalam sintesis Al NPs. Metode ini telah dilakukan sebelumnya untuk mensintesis nanopartikel emas (Husna, 2011), nikel hidroksida (Budipramana, dkk., 2014 dan Budipramana, dkk., 2016), aluminium oksida (Kolo, 2016), perak (Rahmah dan Kurniawan, 2017) dan timah dioksida (Rahmi dan Kurniawan, 2017).

Metode elektrokimia dinilai lebih menguntungkan, jika dipandang dari segi ekonomi, kesederhanaan, suhu pengolahan yang lebih rendah dan tidak memerlukan banyak waktu (Husna, 2011 dan Kurniawan, dkk., 2017). Oleh sebab itu, pada penelitian ini digunakan metode elektrokimia menggunakan sel elektrolisis untuk mensintesis nanopartikel dari logam aluminium.

## **1.2 Permasalahan**

Sintesis  $\text{Al}_2\text{O}_3$  nanopartikel menggunakan metode elektrokimia telah dilakukan pada penelitian sebelumnya dalam larutan NaCl. Namun, ukuran nanopartikel yang dihasilkan masih terbilang cukup besar (Kolo, 2016). Oleh sebab itu pada penelitian ini dipelajari pengaruh natrium sitrat sebagai elektrolit pengganti dalam sintesis  $\text{Al}_2\text{O}_3$  nanopartikel. Natrium sitrat dipilih karena telah banyak digunakan sebagai zat pereduksi dalam sintesis nanopartikel, serta dapat digunakan sebagai *stabilizer* untuk mencegah terbentuknya agregat (Rahmah dan Kurniawan, 2017). Dalam penelitian ini dilakukan pengamatan terhadap pengaruh potensial (5-50 V), konsentrasi elektrolit (0,02-0,42 M) dan waktu elektrolisis (15-75 menit).

### **1.3 Tujuan Penelitian**

Tujuan dari penelitian ini adalah menghasilkan  $\text{Al}_2\text{O}_3$  nanopartikel dengan metode elektrokimia secara elektrolisis dalam larutan natrium sitrat.

### **1.4 Manfaat Penelitian**

Manfaat dari penelitian ini adalah untuk memberikan informasi ilmiah mengenai sintesis  $\text{Al}_2\text{O}_3$  nanopartikel dengan metode elektrokimia secara elektrolisis.

***“Halaman ini sengaja dikosongkan”***

## BAB II

### TINJAUAN PUSTAKA

#### 2.1 Aluminium dan Aluminium Nanopartikel

Aluminium (Al) adalah sebuah logam berwarna putih keperakan seperti yang ditunjukkan pada Gambar 2.1. Aluminium merupakan unsur kimia golongan IIIA dengan nomor atom 13 dan berat atom sebesar 26,9815. Aluminium sangat stabil di lingkungan oksidasi. Misalnya aluminium oksida dengan cepat tumbuh pada permukaan aluminium yang terkena oksigen, air ataupun oksida lainnya. Gas lain seperti hidrogen juga dapat terlarut dalam aluminium padat maupun cair. Aluminium cair dapat bereaksi dengan karbon monoksida dan dioksida, uap air dalam atmosfer tungku pembakaran, air yang teradsorpsi, serta air dalam bentuk oksida terhidrasi. Aluminium padat juga dapat bereaksi dengan uap air dalam atmosfer tungku pembakaran, membentuk oksida dan hidrogen (Hatch, 1984). Al memainkan peran penting dalam dunia material karena sifatnya yang tak biasa, seperti ringan, berkekuatan tinggi, tahan terhadap korosi, memiliki konduktivitas listrik dan termal yang tinggi (Mahendiran, dkk., 2009).



**Gambar 2. 1** Logam aluminium

Aluminium dalam bentuk nanopartikel (Al NPs) bersifat lebih reaktif karena memiliki ukuran yang kecil (Kuladeep, dkk., 2013). Al NPs merupakan nanomaterial yang menarik, karena dapat digunakan dalam banyak aplikasi dan dinilai sangat menjanjikan jika digunakan dalam komposisi berenergi tinggi, produksi hidrogen, serta dalam sintesis alumina struktur 2D dan 3D (Lerner, dkk., 2016).

Al NPs banyak ditemukan dalam berbagai jenis bentuk, seperti aluminium hidroksil  $\text{Al}(\text{OH})_3$ , oksi-hidroksil  $\text{AlOOH}$  atau oksida terhidrasi  $\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot x\text{H}_2\text{O}$ . Aluminium oksida seperti alumina ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) memiliki berbagai fasa kristal metastabil ( $\delta$ ,  $\eta$ ,  $\theta$ ,  $\gamma$ ,  $\kappa$ ,  $\chi$ , dll) atau bentuk allotropik stabil ( $\alpha$ ). Bentuk-bentuk fasa tersebut dapat diperoleh melalui penambahan suhu. Beberapa bentuk fasa juga dapat terbentuk pada suhu yang sama. Fasa-fasa metastabil dapat direhidrasi, namun  $\alpha$ -alumina tidak dapat diubah kembali (Coz, dkk., 2010).

## 2.2 Natrium Sitrat

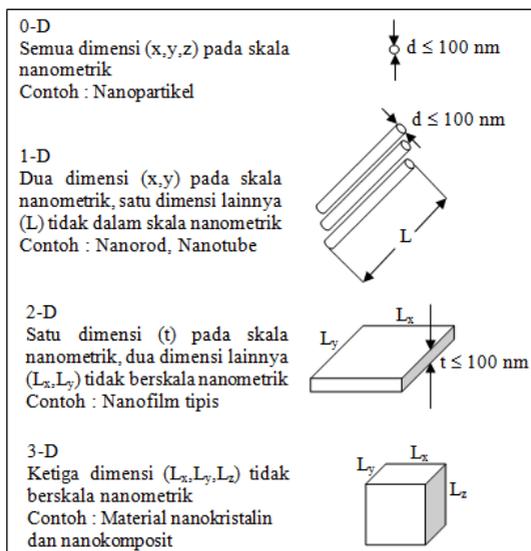
Natrium sitrat dihidrat ( $\text{C}_6\text{H}_5\text{Na}_3\text{O}_7 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ) memiliki nama lain seperti citnatin, citreme, citrosoedin, citrosoedna, natrocitral, trinatrium sitrat dihidrat, 1,2,3-asam propanetrikarboksilat dan garam trisodium. Natrium sitrat merupakan padatan berbentuk kristal putih yang tak berbau dengan berat molekul 294,1 g/mol. Natrium sitrat dapat larut dalam air, terlebih dalam air panas dan tidak larut dalam alkohol. Natrium sitrat juga reaktif terhadap zat pengoksidasi. Natrium sitrat dapat terurai pada panas dan menjadi anhidrat pada suhu  $150^\circ\text{C}$  (MSDS, 2018).

Natrium sitrat telah banyak digunakan dalam sintesis nanopartikel. Husna, (2011), telah berhasil mensintesis emas (Au) nanopartikel dengan metode elektrokimia dalam elektrolit NaCl yang digabungkan dengan metode Turkevich menggunakan natrium sitrat sebagai zat pereduksinya. Ukuran Au nanopartikel yang diperoleh adalah sekitar 10-54 nm. Nikel hidroksida  $\text{Ni}(\text{OH})_2$  nanopartikel juga berhasil disintesis dengan metode elektrokimia dalam elektrolit natrium sitrat. Ukuran  $\text{Ni}(\text{OH})_2$

yang diperoleh adalah  $\pm 60$  nm (Budipramana, 2014). Sodium sitrat juga telah digunakan dalam sintesis perak (Ag) nanopartikel menggunakan metode elektrokimia. Produk Ag nanopartikel yang diperoleh memiliki kristalinitas yang baik dan kemurnian yang tinggi. Selain sebagai zat pereduksi, natrium sitrat juga dapat digunakan sebagai *stabilizer* untuk mencegah terbentuknya agregat (Rahmah dan Kurniawan, 2017).

### 2.3 Nanopartikel

Terdapat beberapa klasifikasi struktur nano dalam nanoteknologi. Berdasarkan dimensinya, struktur nano terbagi menjadi empat bagian, yaitu nol- (0-D), satu- (1-D), dua- (2-D) dan tiga- (3-D) dimensi seperti yang ditunjukkan pada Gambar 2.2. Karakteristik umum dan klasifikasi struktur nano berdasarkan dimensionalnya dapat dilihat pada Tabel 2.1 (Aliofkhazraei dan Rouhaghdam, 2010).



**Gambar 2. 2** Klasifikasi struktur nano berdasarkan dimensi

**Tabel 2. 1** Karakteristik umum dan klasifikasi struktur nano

Dimensi	Fitur Umum		
	Nanomaterial terpisah	Nanomaterial permukaan	Nanomaterial besar
0-D	Serbuk nano terdispersi	Lapisan tipis nanokristalin	Material nanokristalin
1-D	Nanorod dan Nanotube	Koneksi nano	Nanotube diperkuat nanokomposit
2-D	Nanofilm tipis	Lapisan nano	Struktur nano multilayer

Pada umumnya, sintesis nanopartikel logam dapat dibagi ke dalam dua kategori, yaitu *top-down* dan *bottom-up*. Pada *top-down* material besar (*bulk*) akan di pekerkecil menjadi nanopartikel melalui proses fisik, kimia ataupun mekanik. Sedangkan pada *bottom-up* proses dimulai dari molekul atau atom menjadi nanopartikel. Sintesis nanomaterial secara *top-down* biasanya memerlukan metode dengan energi mekanik, laser berenergi tinggi, termal dan litografi (Pacioni, dkk., 2015).

Jika dilihat dari fasanya, Al NPs dapat disintesis dengan berbagai teknik, seperti teknik fasa-padat, fasa-cair dan fasa-gas. *Mechanical ball milling* dan *mechanochemical* adalah beberapa contoh teknik fasa-padat yang dapat digunakan untuk mensintesis nanopartikel. Beberapa contoh teknik fasa-cair yang dapat digunakan adalah *laser ablation*, *exploding wire*, *solution reduction* dan *decomposition process*. Sedangkan contoh untuk teknik fasa-gas adalah *gas evaporation*, *exploding wire* dan *laser ablation process* (Ghorbani, 2014).

Elektrokimia merupakan salah satu contoh metode *solution reduction* dari teknik fasa-cair. Metode ini dinilai lebih sederhana, murah, dan tidak memerlukan banyak waktu, serta memiliki suhu pengolahan yang relatif rendah (Husna, 2011 dan Kurniawan, dkk., 2017). Metode elektrokimia telah dilakukan sebelumnya untuk mensintesis nanopartikel emas (Husna, 2011), nikel

hidroksida (Budipramana, dkk., 2014 dan Budipramana, dkk., 2016), aluminium oksida (Kolo, 2016), perak (Rahmah dan Kurniawan, 2017) dan timah dioksida (Rahmi dan Kurniawan, 2017).

## **2.4 Elektrokimia**

Elektrokimia adalah cabang ilmu yang mempelajari hubungan antara energi listrik dan reaksi kimia. Dalam penerapannya, digunakan sel elektrokimia dengan prinsip reaksi oksidasi reduksi. Sel elektrokimia terdiri dari konduktor listrik dan sumber arus. Terdapat dua macam sel elektrokimia, yaitu sel galvanik dan sel elektrolisis. Sel galvanik merupakan alat untuk mengubah energi kimia menjadi energi listrik, sedangkan Sel elektrolisis mengubah energi listrik menjadi energi kimia.

Pada sel elektrolisis, reaksi redoks tidak terjadi secara spontan, karena reaksi berjalan ketika sel diberi energi listrik dari luar seperti yang ditunjukkan pada Gambar 2.3. Reaksi reduksi yang terjadi pada katoda ataupun reaksi oksidasi yang terjadi pada anoda selalu melibatkan elektron. Hal ini berhubungan langsung dengan jumlah muatan listrik yang terpakai dan jumlah perubahan zat yang terjadi. Hubungan ini dirumuskan dalam hukum Faraday I dan II. Hukum Faraday I menyatakan bahwa jumlah zat (atom, senyawa atau ion) yang tereduksi dan teroksidasi pada elektroda berbanding lurus dengan jumlah arus yang mengalir dalam sel. Sedangkan hukum Faraday II menyatakan bahwa jumlah zat yang dihasilkan oleh arus yang sama dalam beberapa sel yang berbeda sebanding dengan berat ekuivalen zat tersebut.



yang serupa untuk mensintesis SnO<sub>2</sub> nanopartikel menggunakan logam timah sebagai elektroda anoda maupun katoda dan HCl sebagai larutan elektrolit.

Sintesis Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> nanopartikel dengan metode elektrolisis sudah pernah dilakukan sebelumnya. Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan Kolo (2016), Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> nanopartikel yang terbentuk dari hasil sintesis memiliki karakteristik yang sama dengan  $\gamma$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. Ukuran partikel yang diperoleh dari hasil sintesis tersebut berada dalam rentang 49,69 hingga 120,1 nm. Pada penelitiannya, ia menyatakan bahwa pada potensial optimum (50 V) diperoleh ukuran partikel sebesar 120,1 nm dan pada konsentrasi NaCl optimum (0,3 M) sebesar 120,1 nm. Ukuran partikel yang diperoleh terbilang cukup besar. Hal ini ditandai dengan terbentuknya endapan putih.

## **2.5 Spektroskopi Ultraviolet dan Sinar Tampak (UV-Vis) untuk Karakterisasi Nanopartikel**

Rentang spektral terbagi menjadi tiga, yaitu daerah dekat ultraviolet / UV, daerah tampak / *visible* dan daerah dekat inframerah / NIR (masing-masing 185-400, 400-700 dan 700-1100 nm). Domain spektral UV-Vis banyak digunakan dalam analisis kuantitatif. Pengukurannya berdasarkan hukum Lambert-Beer (persamaan 2.1), yang berhubungan dengan absorpsi cahaya dalam kondisi tertentu terhadap konsentrasi senyawa yang diuji.

$$A = \epsilon l C \quad (2.1)$$

$A$  adalah absorbansi,  $l$  adalah tebal larutan yang ditembus cahaya,  $C$  adalah konsentrasi molar dan  $\epsilon$  adalah koefisien absorpsi molar ( $\text{Lmol}^{-1} \text{cm}^{-1}$ ) pada panjang gelombang tertentu. Absorptivitas molar suatu senyawa bergantung pada panjang gelombang yang digunakan, suhu dan sifat pelarutnya.

Jika  $I_0$  mewakili intensitas radiasi sebelum melewati suatu media dengan ketebalan  $l$  yang memiliki koefisien adsorpsi  $k$ ,

intensitas yang ditransmisikan ( $I$ ) akan sesuai dengan persamaan 2.2 berikut :

$$I = I_0 e^{-kl} \quad (2. 2)$$

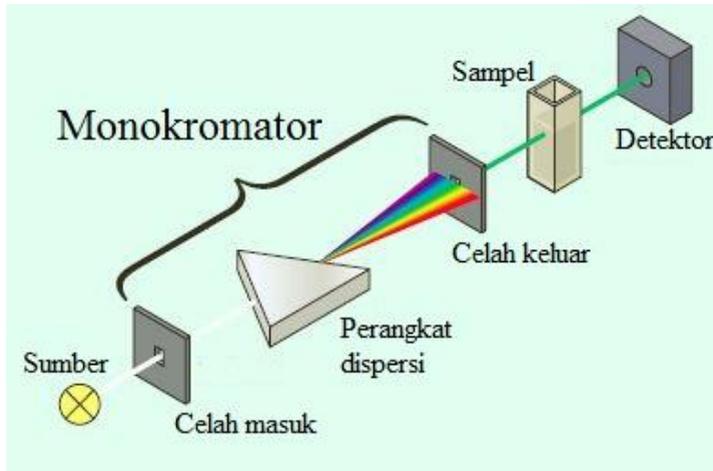
$k$  berbanding lurus dengan konsentrasi molar  $C$  dari komponen uji. Hubungan intensitas yang ditransmisikan dengan absorbansi dapat dilihat pada persamaan 2.3.

$$A = \log \frac{I}{I_0} \text{ atau } A = \log \frac{1}{T} \quad (2. 3)$$

Transmitansi  $T$  didefinisikan pada persamaan 2.4 berikut (Rouessac dan Rouessac, 2000):

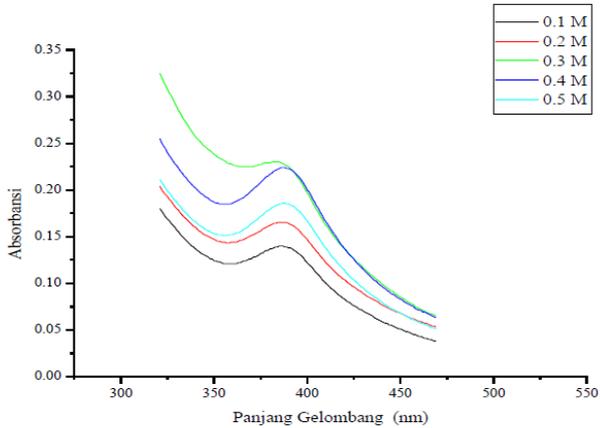
$$T = \frac{I}{I_0} \text{ atau } \%T = \left( \frac{I}{I_0} \right) \times 100 \quad (2. 4)$$

Spektrofotometer adalah alat yang digunakan untuk mengukur transmitansi atau absorbansi sampel sebagai fungsi panjang gelombang radiasi elektromagnetik. Komponen utama didalamnya adalah sumber sinar, monokromator yang mencakup perangkat dispersi, area sampel dan detektor seperti yang ditunjukkan pada Gambar 2. 4. Pada prinsipnya, cahaya polikromatik dari sumber akan melewati monokromator dan didispersikan. Cahaya ini kemudian diteruskan melewati sampel dan ditangkap oleh detektor. Absorbansi sampel ditentukan melalui pengukuran intensitas cahaya yang mencapai detektor. Pengukuran dilakukan dengan membandingkan intensitas cahaya yang melewati blanko (tanpa sampel) dengan intensitas cahaya yang melewati sampel (Owen, 2000).

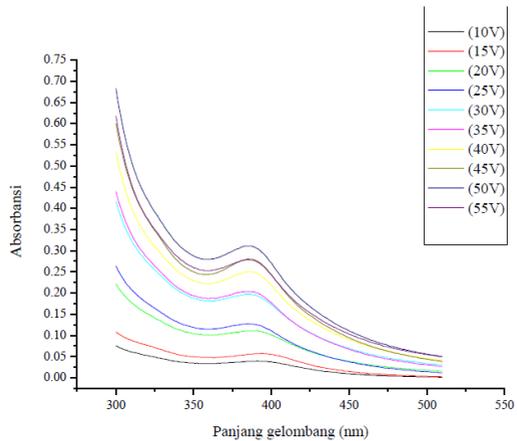


**Gambar 2. 4** Skema spektrofotometer *single-beam* konvensional

Budipramana, dkk. (2014) menyatakan bahwa semakin tinggi potensial dan konsentrasi larutan elektrolit yang digunakan dalam sintesis  $\text{Ni}(\text{OH})_2$  nanopartikel, akan diperoleh puncak serapan yang semakin tinggi pula (Gambar 2.5). Natrium sitrat sebagai larutan elektrolit dapat menginduksi pembentukan  $\text{Ni}(\text{OH})_2$  nanopartikel dan konsentrasi larutan hanya akan berpengaruh pada pertumbuhan partikel. Pola puncak spektrum yang serupa, menunjukkan distribusi ukuran nanopartikel yang serupa. Pengaruh potensial terhadap hasil nanopartikel yang diperoleh ditunjukkan pada Gambar 2.6.

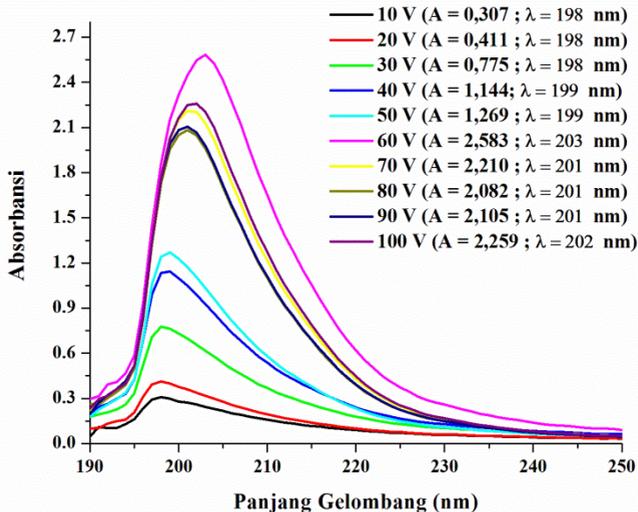


**Gambar 2. 5** Spektra UV-Vis Ni(OH)<sub>2</sub> nanopartikel yang diperoleh dalam natrium sitrat 0,1 - 0,5 M pada potensial 55 V



**Gambar 2. 6** Spektra UV-Vis Ni(OH)<sub>2</sub> nanopartikel yang diperoleh dalam natrium sitrat 0,3 M pada potensial 10 – 55 V

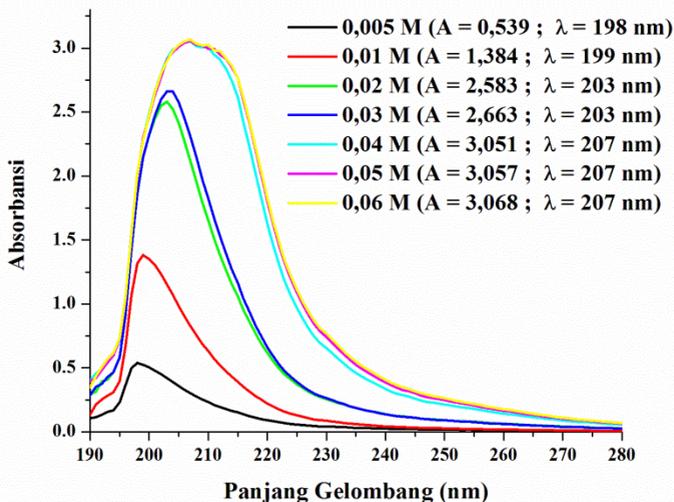
Sementara itu dalam sintesis SnO<sub>2</sub> nanopartikel yang telah dilakukan oleh Rahmi dan Kurniawan (2017), diperoleh puncak absorbansi maksimum pada potensial 60 V diikuti dengan penurunan pada potensial selanjutnya. Kenaikan intensitas absorbansi (potensial 10 - 60 V) menunjukkan bahwa potensial yang digunakan, akan berpengaruh pada jumlah timah yang larut. Hal ini disebabkan oleh pengaruh potensial pada tekanan elektron, yang dapat menyebabkan terjadinya reaksi redoks. Spektra UV-Vis SnO<sub>2</sub> nanopartikel dengan variasi potensial ditunjukkan pada Gambar 2. 7.



**Gambar 2. 7** Spektra UV-Vis SnO<sub>2</sub> nanopartikel pada variasi potensial

Peningkatan konsentrasi HCl sebagai larutan elektrolit juga mempengaruhi intensitas puncak serapan, semakin tinggi konsentrasi larutan, maka semakin tinggi intensitas puncak serapan yang diperoleh (Rahmi dan Kurniawan, 2017). Spektra

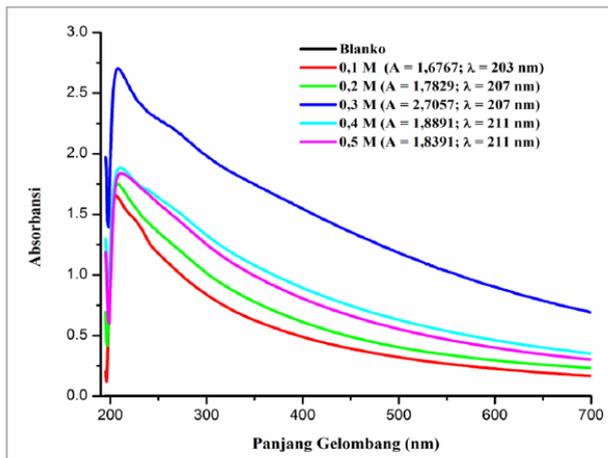
UV-Vis SnO<sub>2</sub> nanopartikel dengan variasi konsentrasi ditunjukkan pada Gambar 2. 8.



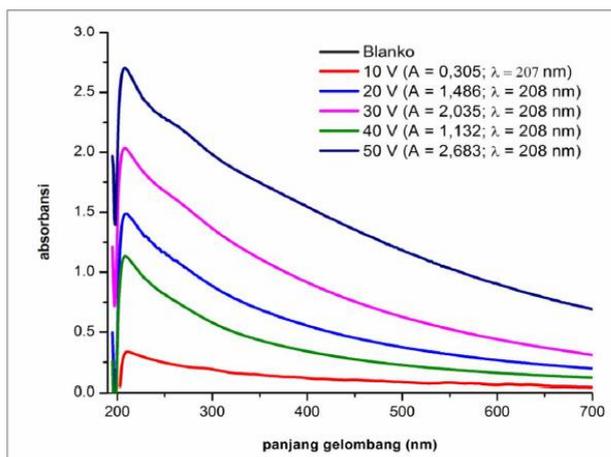
**Gambar 2. 8** Spektra UV-Vis SnO<sub>2</sub> nanopartikel pada variasi konsentrasi

Spektra UV-Vis hasil sintesis Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> nanopartikel yang telah dilakukan Kolo (2016), menunjukkan bahwa terdapat satu puncak maksimum untuk masing-masing variasi konsentrasi larutan elektrolit dan potensial yang digunakan. Pada variasi konsentrasi, diperoleh puncak absorbansi maksimum 2,7057 untuk konsentrasi 0,3 M di daerah panjang gelombang 207 nm. Spektra UV-Vis Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> nanopartikel dengan variasi konsentrasi ditunjukkan pada Gambar 2. 9. Sedangkan untuk variasi potensial, digunakan larutan elektrolit NaCl dengan konsentrasi 0,3 M. Diperoleh puncak absorbansi maksimum 2,683 untuk potensial 50 V pada panjang gelombang 208 nm. Dari hasil spektra UV-Vis yang ditunjukkan pada Gambar 2. 10, dapat diketahui bahwa panjang

gelombang maksimum tidak begitu dipengaruhi oleh perubahan potensial.



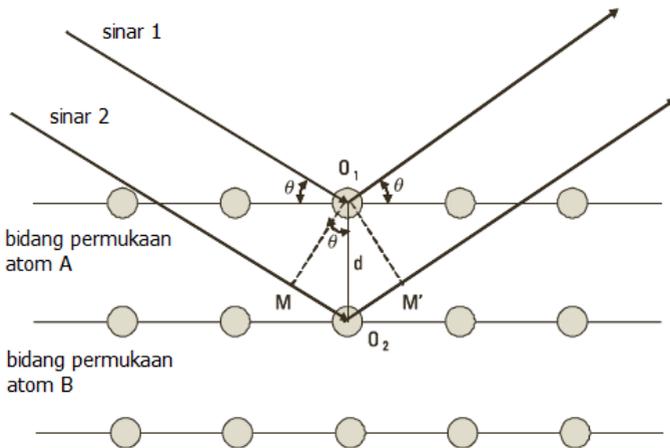
**Gambar 2. 9** Spektra UV-Vis Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> nanopartikel pada variasi konsentrasi



**Gambar 2. 10** Spektra UV-Vis Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> nanopartikel pada variasi potensial

## 2.6 Difraksi Sinar – X (XRD) untuk Karakterisasi Nanopartikel

Difraksi dapat terjadi dalam struktur periodik seperti kisi kristal. Hukum Bragg (persamaan 2. 5) didasarkan pada difraksi sinar x. Seperti yang ditunjukkan pada Gambar 2. 11, berkas sinar yang datang dapat dianggap sebagai gelombang planar. Sinar 1 dipantulkan pada bidang permukaan atom A, sedangkan sinar 2 dipantulkan pada bidang berikutnya, yaitu bidang permukaan atom B.



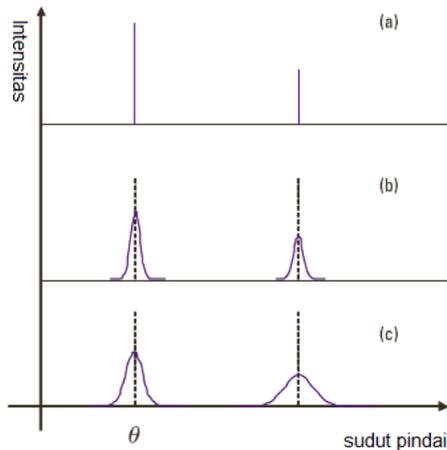
**Gambar 2. 11** Ilustrasi Hukum Bragg

Sudut pantul sinar 1 dan 2 sama dengan sudut datang  $\theta$ . Jumlah  $MO_2 + M'O_2$  menggambarkan jarak tempuh yang dilalui sinar 2 setelah dipantulkan. Dari ilustrai yang digambarkan, dapat diketahui bahwa jarak  $MO_2 + M'O_2$  setara dengan  $2d \sin \theta$ . Hubungan antara sinar 1 dan 2 digambarkan oleh jarak yang ditempuh sinar 2 sebagai bilangan bulat  $n$  dikali panjang gelombang sinar datang  $\lambda$ , sehingga diperoleh sebuah persamaan yang mewakili Hukum Bragg sebagai berikut :

$$2d \sin \theta = n\lambda \quad (2.5)$$

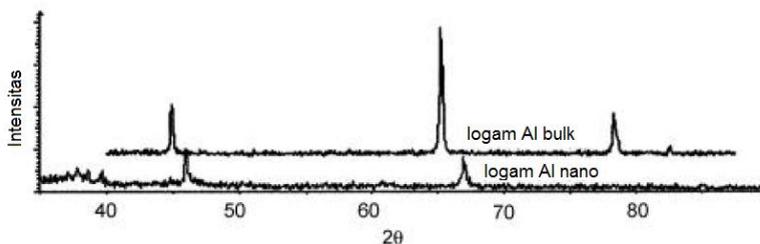
Sinar x banyak digunakan untuk mengkarakterisasi struktur kisi periodik karena panjang gelombangnya ( $\sim 0,6\text{\AA} - 0,7\text{\AA}$ ) berada pada kisaran yang sama dengan parameter kisi material padat (pada orde  $2\text{\AA} - 3\text{\AA}$ ). Difraksi konstruktif hanya terjadi pada sudut tertentu, saat sinar x dengan panjang gelombang  $\lambda$  dipantulkan pada bidang kristal yang memiliki jarak antar atom  $d$ . Oleh sebab itu, informasi tentang fase dan kandungan suatu material dapat diketahui dari perhitungan intensitas sinar x yang terdeteksi.

Nanopartikel atau nanokristal memiliki ukuran partikel yang kecil (butiran) dan jumlah bidang atom yang terbatas. Sebagai konsekuensinya, puncak pada sudut  $\theta$  berbentuk melebar dan menyebar, seperti yang ditunjukkan pada Gambar 2. 12. Namun, ukuran partikel bukan satu-satunya faktor yang menyebabkan pelebaran puncak. Faktor lain seperti tegangan mikro juga dapat menyebabkan pelebaran puncak (Guo dan Tan, 2009).



**Gambar 2. 12** Pola difraksi sinar x : (a) pola linier pada kristal ideal, (b) pola pada kristal nyata dan (c) puncak yang melebar pada nanokristal.

Sen, dkk. (2003), melakukan sebuah penelitian tentang sintesis nanopartikel Cu, Ag, Fe dan Al. Nanopartikel logam tersebut dibuat dengan metode EEW (*electro explosion of wires*). Hasil sintesis nanopartikel, kemudian dikarakterisasi menggunakan XRD. Pola XRD yang dihasilkan oleh nanopartikel aluminium hasil sintesis dapat dilihat dari Gambar 2. 13.

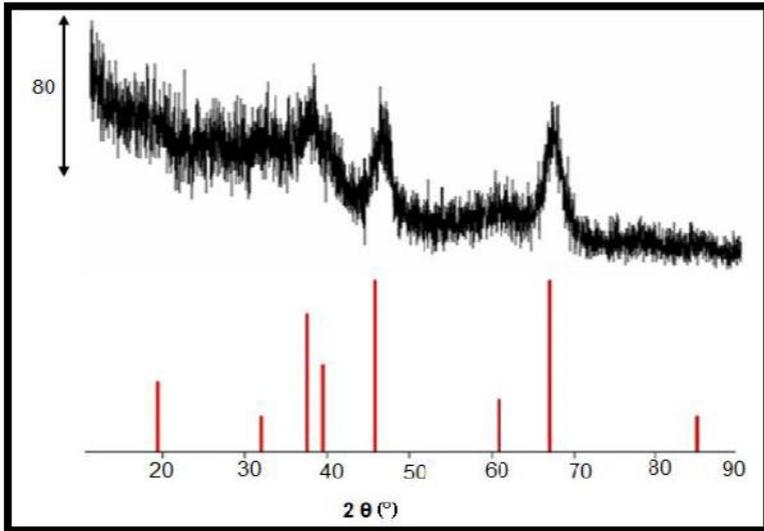


**Gambar 2. 13** Perbandingan pola XRD logam aluminium bulk dengan aluminium nanopartikel yang disintesis dengan teknik EEW

Gambar 2. 13 menunjukkan pola XRD untuk aluminium *bulk* sebagai plot pemetaan  $\theta - 2\theta$  dari 40 - 85°, menghasilkan garis puncak (200), (220), (311), (222) pada  $2\theta = 45,2^\circ$ ;  $65,4^\circ$ ;  $78,4^\circ$  dan  $82,6^\circ$ . Untuk aluminium nano, puncak pertama diamati pada  $2\theta = 46,1^\circ$  dan puncak kedua pada  $2\theta = 66,8^\circ$ . Jika dilihat dari luasnya, aluminium nano memiliki puncak yang lebih lebar dibandingkan dengan aluminium *bulk*. Posisi garis-garis puncak aluminium nano berbeda dari material *bulk*-nya. Hal ini menunjukkan bahwa kisi aluminium sangat terdistorsi dalam nanomaterial (Sen, dkk., 2003).

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan Kolo (2016),  $\text{Al}_2\text{O}_3$  nanopartikel dapat disintesis menggunakan metode elektrolisis. Dari pola difraktogram hasil XRD (Gambar 2. 14), dapat dilihat bahwa  $\text{Al}_2\text{O}_3$  nanopartikel hasil sintesis menghasilkan puncak-puncak pada sudut  $2\theta = 31,8^\circ$ ;  $37,7^\circ$ ;  $45,6^\circ$ ;  $61,04^\circ$  dan  $66,9^\circ$ . Puncak-puncak tersebut memiliki

kemiripan dengan pola difraksi standar  $\gamma$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> berdasarkan JCPDS No. 10-0425.

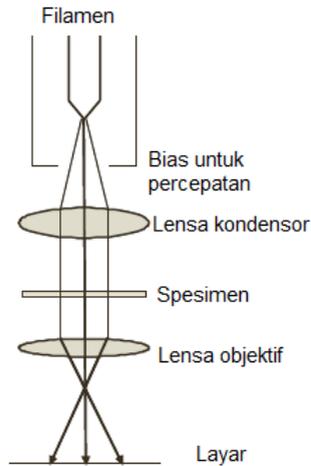


**Gambar 2. 14** Pola XRD hasil sintesis Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> nanopartikel dengan metode elektrolisis

## **2.7 Transmission Electron Microscope (TEM) untuk Karakterisasi Nanopartikel**

TEM banyak digunakan untuk karakterisasi material oleh ilmuwan material dan metalurgi. Seperti yang ditunjukkan pada Gambar 2. 15, TEM komersial biasanya terdiri dari sebuah pistol elektron, seperangkat lensa dan lubang elektromagnetik, ruang sampel dan sebuah layar. Pada mulanya, berkas elektron dihasilkan melalui emisi bidang (berkas elektron monokromatik) ataupun emisi termionik (elektron putih). Kemudian berkas elektron dipercepat melalui tegangan bias untuk mencapai energi tinggi. Kemudian berkas elektron menuju ke arah medan magnet yang terbentuk yang dihasilkan oleh lensa elektromagnetik, sehingga berkas akan terfokus ke arah spesimen. Setelah berkas

ditransmisikan, berkas akan melalui satu set lensa dan lubang tambahan untuk memproyeksikan informasi ke layar.

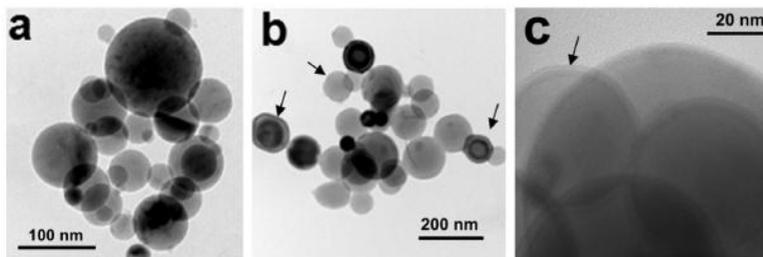


**Gambar 2. 15** Ilustrasi TEM

TEM banyak digunakan untuk mengamati struktur mikro melalui penggambaran. TEM dapat memberikan informasi tentang fasa / orientasi kristalografi melalui pola difraksi dan menentukan komposisi kimia, yang dapat diketahui dari spektrum energi. Seperti mikroskop optik, TEM juga dapat menangkap gambar struktur mikro dengan resolusi yang jauh lebih tinggi. Pada umumnya, resolusi TEM dapat mencapai daerah nanometer, sehingga TEM sangat baik digunakan untuk mengkarakterisasi nanomaterial. *High-resolution* TEM (HRTEM) bahkan dapat menggambarkan titik kisi yang ada dalam kisaran angstrom (Guo dan Tan, 2009).

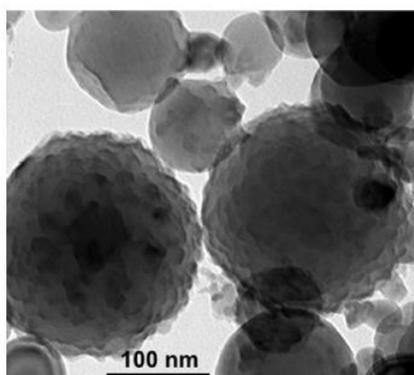
Lerner, dkk. (2016) telah melakukan sebuah penelitian tentang sintesis nanopartikel Al dengan metode EEW dalam medium argon dan nitrogen. Selama proses EEW, nanopartikel Al

terbentuk dalam medium argon. Gambar khas dari nanopartikel ini ditunjukkan pada Gambar 2. 16.

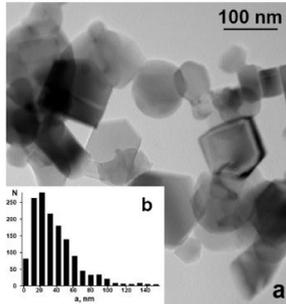


**Gambar 2. 16** Hasil analisis TEM nanopartikel Al pada medium argon : (a)  $W_m = 1,6$ ; (b)  $W_m = 2,5$ ; (c) fragmen nanopartikel terlapis alumina ditunjukkan oleh tanda panah ( $P_{Ar} = 0,5$  Mpa;  $d_0 = 0,38$  mm)

Ukuran nanopartikel Al juga bergantung pada suhu argon selama proses EEW. Bila suhu medium gas turun menjadi  $-5^{\circ}\text{C}$ , ukuran partikel yang muncul pada *nanopowder* berkisar diantara 2-10 nm (Lerner, dkk., 2016), seperti yang ditunjukkan pada Gambar 2. 17. Hasil sintesis nanopartikel selama proses EEW dengan medium nitrogen dapat dilihat pada Gambar 2. 18.

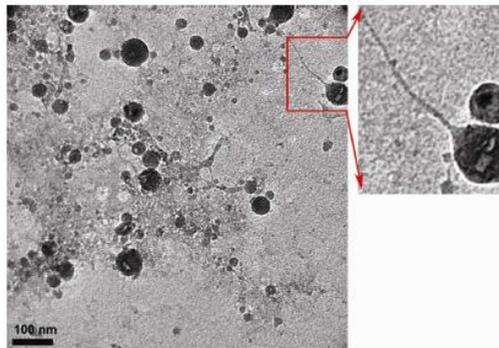


**Gambar 2. 17** Struktur nanopartikel Al pada suhu argon  $-5^{\circ}\text{C}$



**Gambar 2. 18** (a) Hasil analisis TEM nanopartikel Al pada medium nitrogen, (b) distribusi ukuran nanopartikel ( $d_0 = 0,38$  mm;  $W_m = 2,0$ ;  $P_N = 0,3$  MPa dan ukuran rata-rata partikel  $a_n = 70$  nm)

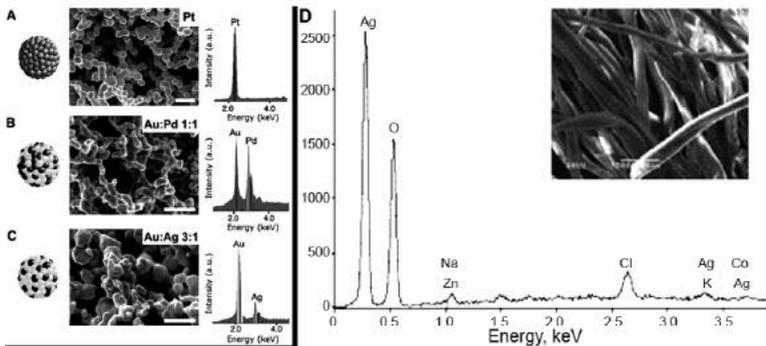
Berdasarkan penelitian yang dilakukan oleh Stratakis, dkk. (2009), nanopartikel Al dapat dihasilkan melalui ablasi Al *bulk* dalam etanol. Ablasi ini menggunakan sumber laser *femtosecond* (fs) ataupun *picosecond* (ps). Hasil analisis TEM (Gambar 2. 19) dari nanopartikel Al yang dihasilkan oleh ablasi laser fs menunjukkan bahwa sejumlah besar nanopartikel memiliki ekor.



**Gambar 2. 19** Analisis TEM untuk nanopartikel yang dihasilkan melalui ablasi Al *bulk* dalam etanol dengan radiasi laser fs

## 2.8 Energy Dispersive X-ray (EDX) untuk Karakterisasi Nanopartikel

Analisis EDX adalah sebuah teknik yang digunakan untuk menganalisis permukaan suatu unsur. Hasil dari keseluruhan analisis TEM berupa pemetaan sampel. Pada prinsip dasarnya, sebuah berkas elektron (dengan energi 10 - 20 keV) akan ditembakkan ke arah permukaan sampel. Hal ini menyebabkan perpancaran sinar x pada material uji. Sinar x yang dihasilkan berada di daerah sekitar 2 mikron dan energinya bergantung pada jenis material uji. Komposisi ataupun jumlah nanopartikel pada permukaan material dapat diperkirakan dengan EDX, asalkan material tersebut mengandung beberapa ion logam berat. Misalnya seperti yang ditunjukkan pada Gambar 2. 20, keberadaan nanopartikel Au, Pd dan Ag dapat dengan mudah diidentifikasi (Joshi, dkk., 2008).

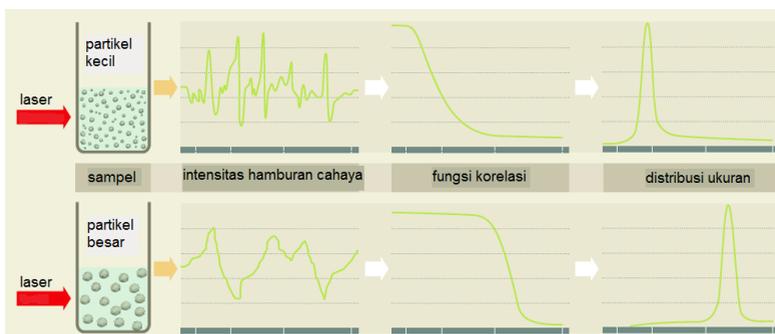


**Gambar 2. 20** Hasil analisis SEM dan spektra EDX bahan nanoporous yang terbuat dari : (a) platinum murni, (b) 1:1 emas-paladium, (c) 3:1 emas-perak dan (d) kain katin dengan nanopartikel perak

## 2.9 Zetasizer Nano Series untuk Karakterisasi Nanopartikel

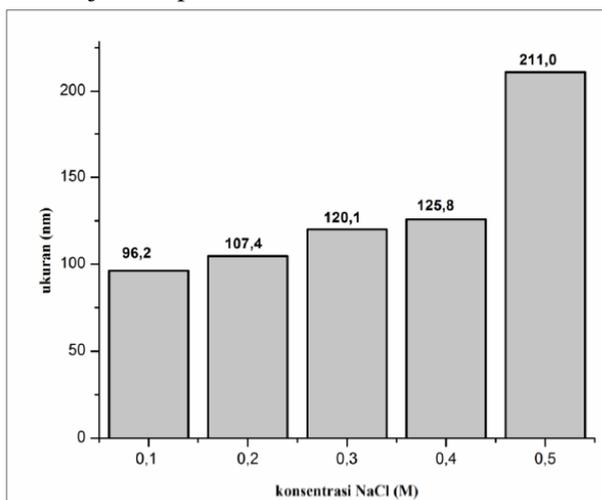
Ukuran dari nanopartikel merupakan parameter yang sangat penting. Ukuran akan mempengaruhi sifat unik yang dimiliki setiap nanopartikel (sifat optik, elektronik, termal, dan kimia). Potensial zeta merupakan parameter penting lainnya, karena hal ini terkait dengan stabilitas nanopartikel. Hamburan cahaya (*Light scattering*) sudah menjadi teknik standar untuk mengukur ukuran dan potensial zeta dari nanopartikel terdispersi.

Hamburan cahaya dinamis (*dynamic light scattering / DLS*) merupakan suatu teknik yang ideal untuk mengukur ukuran koloid, nanopartikel dan molekul. Melalui ukuran partikel, berat molekul dapat diestimasikan. Pada prinsipnya, partikel dan molekul halus memiliki gerakan acak konstan yang disebut gerak *Brown*. Kecepatan difusi partikel dan molekul tersebut bergantung pada ukurannya, partikel yang lebih kecil terdifusi lebih cepat dibandingkan dengan partikel yang lebih besar. Untuk mengukur kecepatan difusi, partikel/molekul diberi tembakan laser. Oleh sebab itu, akan dihasilkan pola *speckle*. Intensitas hamburan pada sudut tertentu akan menghasilkan fluktuasi dalam rentang waktu tertentu. Fluktuasi tersebut akan dideteksi menggunakan detektor fotodiode *avalanche* (APD). Perubahan intensitas dianalisis menggunakan autokorelasi digital yang menghasilkan kurva dengan fungsi tertentu, sehingga informasi tentang ukuran dan distribusi ukuran sampel uji dapat diperoleh (Malvern, 2017). Ilustrasi analisis menggunakan zetasizer dapat dilihat pada Gambar 2. 21.

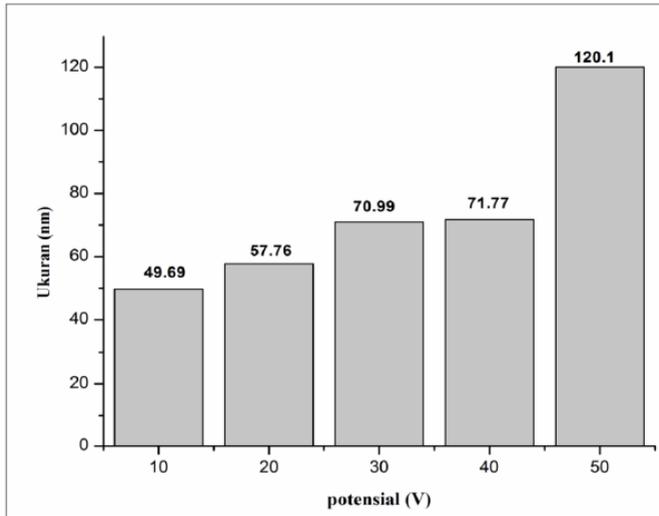


**Gambar 2. 21** Ilustrasi analisis *zetasisizer*

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan oleh Kolo (2016),  $\text{Al}_2\text{O}_3$  nanopartikel yang disintesis dengan metode elektrolisis, memiliki ukuran partikel yang beragam. Ukuran partikel menjadi semakin besar, seiring dengan peningkatan potensial dan konsentrasi lektrolit yang digunakan. Ukuran partikel  $\text{Al}_2\text{O}_3$  nanopartikel untuk variasi konsentrasi dan potensial ditunjukkan pada Gambar 2. 22 dan Gambar 2. 23.



**Gambar 2. 22** Ukuran  $\text{Al}_2\text{O}_3$  nanopartikel pada variasi konsentrasi



**Gambar 2. 23** Ukuran Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> nanopartikel pada variasi potensial

Pada penelitiannya, ia menyatakan bahwa kondisi optimum Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> nanopartikel dipilih berdasarkan nilai absorbansi tertinggi untuk setiap variasinya. Kondisi optimum untuk variasi konsentrasi adalah pada 0,3 M, dengan rata-rata ukuran partikel sebesar 120,1 nm. Sedangkan kondisi optimum untuk variasi potensial adalah pada 50 V, dengan rata-rata ukuran partikel sebesar 120,1 nm (Kolo, 2016).

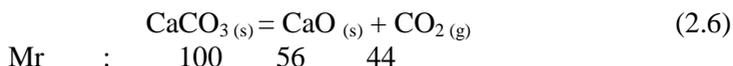
## **2.10 Analisis termal untuk Karakterisasi Nanopartikel**

Jenis analisis termal yang paling sering dijumpai adalah *Thermogravimetric Analysis* (TGA) dan *Differential Thermal Analysis* (DTA). Dengan TGA dapat diketahui informasi tentang proses perubahan massa (*weight loss*) yang terjadi pada suatu sampel sebagai fungsi temperatur. Sedangkan dari DTA dapat diketahui jenis reaksi yang terjadi (eksotermik atau endotermik). Analisis termal ini dapat digunakan untuk mempelajari kristal cair, gelas, keramik, polimer dan logam.

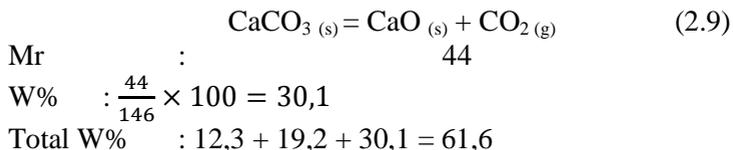
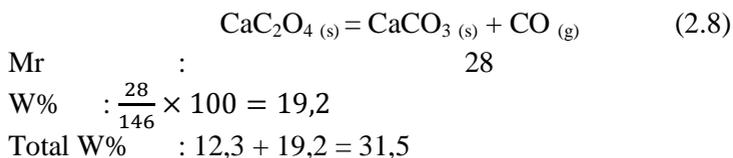
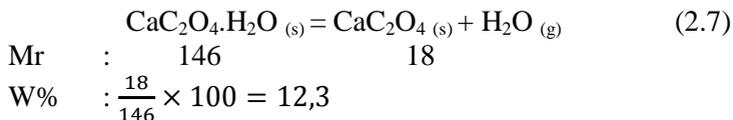
Reaksi ensotermik dan endotermik berhubungan dengan perubahan energi termal atau panas di dalam sampel. Ketika suatu sampel melebur, energi dalam bentuk panas dibutuhkan untuk menahan sampel dalam keadaan padat (*solid state*). Energi yang dibutuhkan berhubungan dengan reaksi endotermik. Proses pendidihan dan penguapan juga merupakan suatu reaksi endotermik. Sedangkan proses pembekuan termasuk ke dalam reaksi eksotermik karena energi panas dilepaskan.

Instrumen yang digunakan untuk analisis termal seperti TGA disebut *thermobalance*. *Thermobalance* terdiri dari *precision balance*, *furnace* yang dikontrol oleh suatu program pengendali temperatur dan *recorder*. Ada beberapa faktor yang harus diperhatikan dalam pengukuran, beberapa diantaranya adalah wadah sampel, jumlah sampel dan atmosfer yang digunakan. Baik wadah sampel ataupun atmosfer tidak boleh bereaksi dengan sampel. Karena reaksi yang terjadi akan mengakibatkan perolehan data yang tidak akurat. Jumlah sampel yang berlebihan juga akan memperlambat proses penguapan beberapa senyawa, sehingga lebih disarankan untuk menggunakan sampel dalam jumlah kecil.

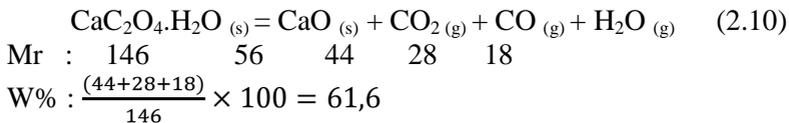
Dalam aplikasinya, analisis termogravimetri dapat digunakan dalam analisis kualitatif dan kuantitatif. Perubahan massa sampel dapat dihubungkan dengan stokiometri yang terlibat di dalam sampel. Data ini termasuk ke dalam data kuantitatif yang nantinya memungkinkan perolehan data kualitatif dari prediksi komposisi campuran. Beberapa sampel dapat terdekomposisi penuh pada suatu suhu. Hal ini dapat terjadi karena sampel mudah menguap (*volatile*), sehingga tidak akan terdapat residu pada wadah sampel yang digunakan. Fenomena ini juga biasa terjadi pada sampel-sampel murni, seperti pada persamaan 2.6 untuk senyawa  $\text{CaCO}_3$  berikut ini :



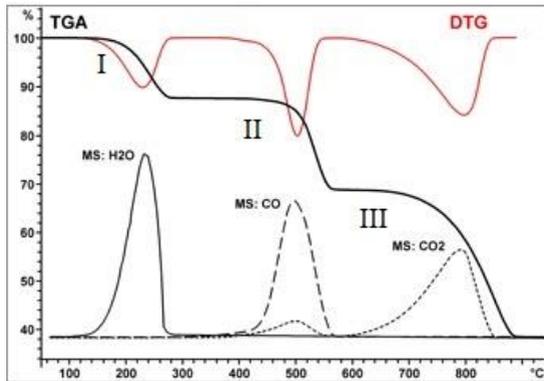
Sehingga persen massa yang hilang (%W) adalah 44 %. Berikut merupakan bentuk reaksi yang lebih kompleks untuk senyawa  $\text{CaC}_2\text{O}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$  :



Total persen massa yang hilang adalah 61,6 %, sesuai reaksi :



%W menunjukkan persen massa yang hilang untuk senyawa-senyawa *volatile* dari tahap I, II dan III yang masing-masing ditunjukkan pada persamaan 2.8, 2.9 dan 2.10 (Dodd dan Tonge, 1987). Ilustrasi kurva TGA-DTG untuk dekomposisi senyawa  $\text{CaC}_2\text{O}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$  ditunjukkan pada Gambar 2. 24.



**Gambar 2. 24** Ilustrasi kurva TGA-DTG  $\text{CaC}_2\text{O}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$

Jika suatu campuran memiliki dua komponen senyawa didalamnya, maka campuran itu disebut campuran biner. Dua komponen murni yang tergabung di dalam suatu campuran dapat memiliki karakteristik kurva termogravimetri yang berbeda. Sehingga kurva yang dihasilkan akan saling tumpang tindih (*overlap*). Dalam kasus yang menguntungkan, analisis campuran biner ataupun campuran lainnya dapat dilakukan dengan termografimetri tunggal. Namun campuran tersebut harus berupa senyawa murni dan memiliki kurva termografimetri yang berbeda. Selain itu, senyawa juga tidak boleh bereaksi satu sama lain ketika proses berlangsung. Pada DTA reaksi eksotermis ditunjukkan jika kurva diplot ke atas (maksimum) dan endotermis ditunjukkan jika kurva diplot ke bawah (minimum). Kurva tersebut dapat digunakan sebagai data kualitatif maupun kuantitatif. hal ini dikarenakan posisi puncak yang merupakan karakteristik sampel (Dodd dan Tonge, 1987).

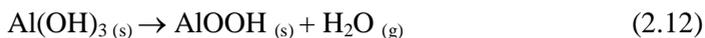
Chandra, dkk., (2012), telah berhasil melakukan sintesis  $\text{Al}(0)$  nanopartikel. Sintesis nanopartikel tersebut dilakukan dengan *solution reduction process*. Berdasarkan hasil analisis termal yang telah dilakukan, total penurunan massa ditemu pada suhu  $450^\circ\text{C}$ . Coz, dkk., (2010), mempelajari komposisi kimia dan perubahan struktur dari *anodic aluminium oxide (AAO) films*.

Dalam penelitiannya diperoleh senyawa dengan komposisi  $\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 0,186\text{AlPO}_4 \cdot 0,005\text{H}_2\text{O}$ . Dari hasil analisis termal, ditemukan penurunan berat di antara 25 dan  $100^\circ\text{C}$  yang dihubungkan dengan proses evaporasi air (Gambar 2. 25). Penurunan berat juga ditemukan pada suhu 825-900, 1000-1050 dan  $1350\text{-}1400^\circ\text{C}$ . Pada ketiga rentang suhu tersebut terjadi reaksi eksotermik yang disebabkan oleh adanya transformasi allotropik sesuai dengan mekanisme reaksi berikut :

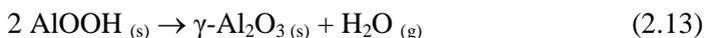
$25 < T < 100^\circ\text{C} :$



$100 < T < 400^\circ\text{C} :$



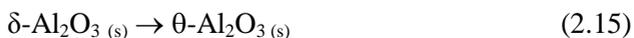
$550 < T < 800^\circ\text{C} :$



$800 < T < 900^\circ\text{C} :$

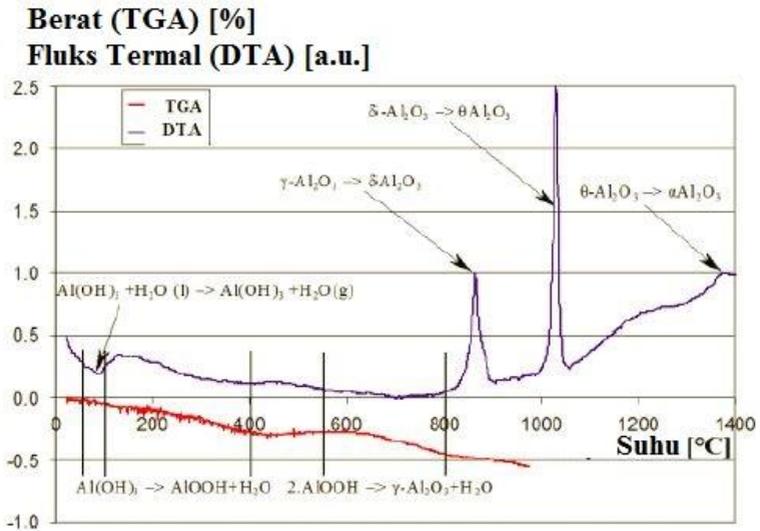


$900 < T < 1100^\circ\text{C} :$



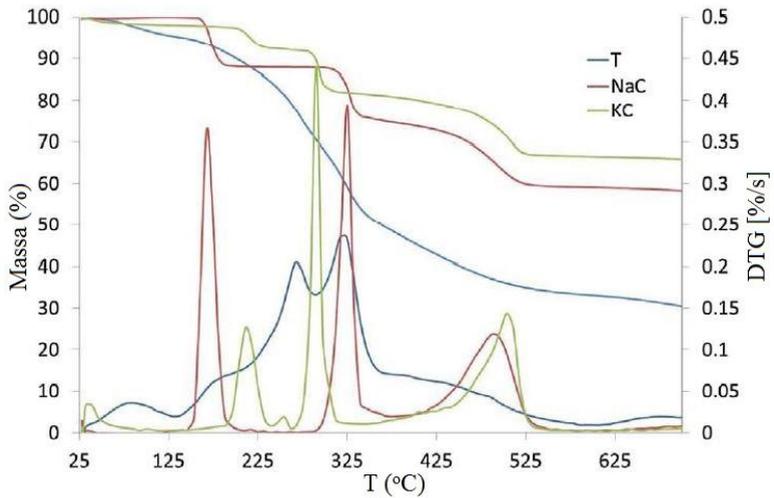
$1300 < T < 1400^\circ\text{C} :$





**Gambar 2. 25** Grafik TGA-DTA untuk AAO

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan oleh Marcilla, dkk., (2017), natrium sitrat memiliki tiga tahap terdekomposisi. Tahap pertama berhubungan dengan hilangnya air kristal. Tahap kedua adalah degradasi parsial natrium sitrat dengan melepas  $\text{CO}_2$ . Tahap ketiga adalah dekomposisi dari residu tahap sebelumnya menghasilkan senyawa yang serupa dengan karbonat. Dari hasil penelitiannya juga, ia menjabarkan bahwa tahapan dekomposisi natrium sitrat dalam atmosfer nitrogen ( $\text{N}_2$ ) terjadi pada suhu berturut-turut, yaitu 168, 325 dan 496°C. Kurva TGA-DTG hasil penelitiannya dapat dilihat pada Gambar 2. 26.



**Gambar 2. 26** Kurva DTA-TGA untuk dekomposisi tembakau (T), natrium sitrat (NaC) dan kalium sitrat (KC) dalam atmosfer  $N_2$

## **BAB III**

### **METODOLOGI PENELITIAN**

#### **3.1 Alat dan Bahan**

##### **3.1.1 Peralatan**

Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini meliputi peralatan gelas (labu ukur 100 mL, gelas kimia 50 mL, 100 mL, dan 250 mL, pipet ukur 2 mL dan 10 mL, kaca arloji, corong kaca, pipet tetes, pengaduk kaca dan lain-lain), botol vial 100 mL, kuvet kuarsa, termometer, *stirrer* magnet, penangas, statif, satu set *power supply*, kertas amplas *grade* 2000, kabel *heat shrink*, blower pemanas (*heat gun*), pembatas kayu, neraca analitik Ohaus, pembersih ultrasonik, grid tembaga berlapis karbon 200 mesh, oven dan *stopwatch*.

Instrumen yang digunakan dalam penelitian ini meliputi spektrofotometer UV-Vis GENESYS 10S, *X-Ray Diffraction* (XRD) Philips X'Pert MPD (*Multi-Purpose Diffractometer*) dengan Cu K $\alpha_1$  ( $\lambda=1,540598$  nm) dan K $\alpha_2$  ( $\lambda=1,544426$  nm), *Transmission Electron Microscope* (TEM) HITACHI H-9500, *Energy Dispersive X-ray* (EDX) AMETEX EDAX, *Zetasizer Nano Series Instruments* Malvern, *Thermogravimetric Analysis* (TGA) dan *Differential Thermal Analysis* (DTA) SHIMADZU.

##### **3.1.2 Bahan**

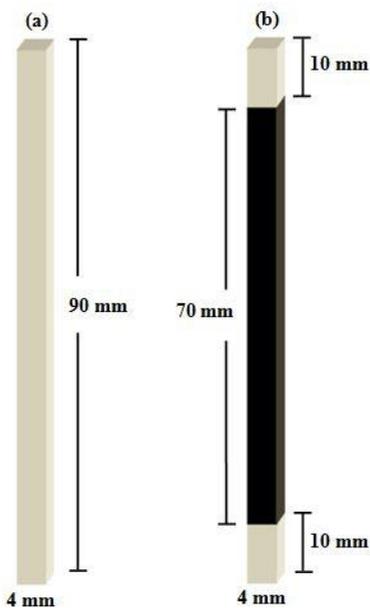
Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini meliputi logam aluminium (PT. Panca Logam, 95,96%), tri-natrium sitrat dihidrat (Merck) dan aqua demineralisasi (Brataco).

#### **3.2 Prosedur Penelitian**

##### **3.2.1 Preparasi Elektroda Aluminium**

Elektroda yang digunakan dalam sintesis ini, dibuat dari lempengan aluminium 95,96% dengan tebal 1 mm. Lempengan

dipotong menjadi bagian-bagian kecil dengan panjang 90 mm dan lebar 4 mm. Masing-masing elektroda yang sudah dipotong, kemudian diampas hingga permukaannya rata. Elektroda kemudian dibersihkan menggunakan aqua demineralisasi dan aseton, lalu dilapisi dengan kabel *heat shrink* dan disisakan sepanjang 10 mm di kedua ujungnya, seperti yang ditunjukkan pada Gambar 3.1.



**Gambar 3. 1** Elektroda Al (a) sebelum dilapisi *heat shrink*, (b) setelah dilapisi *heat shrink*

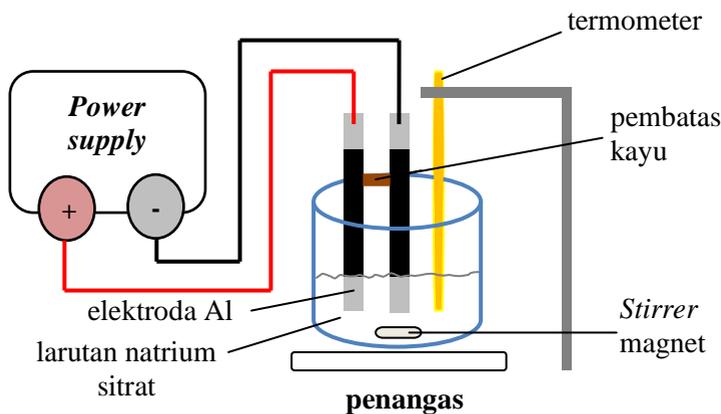
### 3.2.2 Pembuatan Larutan Natrium Sitrat

Pada penelitian ini, digunakan larutan natrium sitrat 0,02; 0,06; 0,10; 0,14; 0,18; 0,22; 0,26; 0,30; 0,34; 0,38; dan 0,42 M sebagai larutan elektrolit dalam sintesis Al nanopartikel. Mulanya dibuat larutan stok dengan konsentrasi 1 M dalam 100 mL larutan. Larutan ini dibuat dengan cara melarutkan 29,41 g

natrium sitrat dihidrat ke dalam 100 mL aqua demineralisasi. Larutan stok kemudian diencerkan menjadi larutan dengan konsentrasi yang telah ditentukan sebelumnya.

### 3.2.3 Rangkaian Sel Elektrolisis

Dalam sintesis Al nanopartikel ini, digunakan seperangkat sel elektrolisis dengan aluminium sebagai elektroda pada anoda maupun katoda. Larutan elektrolit natrium sitrat ditempatkan dalam beker gelas 100 mL dan dipanaskan hingga 95°C. Sel elektrolisis dirangkai dengan cara menghubungkan elektroda dengan *power supply* menggunakan penjepit buaya. Elektroda yang telah terhubung dengan *power supply* dicelupkan ke dalam larutan elektrolit panas. Rangkaian sel elektrolisis yang digunakan pada penelitian ini dapat dilihat pada Gambar 3. 2.



**Gambar 3. 2** Rangkaian sel elektrolisis

### 3.2.4 Sintesis Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> NPs (Pengaruh Potensial) dan Karakterisasi UV-Vis

Metode elektrolisis yang digunakan pada sintesis ini berdasarkan metode yang dilakukan sebelumnya untuk mensintesis nanopartikel Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (Kolo, 2016) dan SnO<sub>2</sub> (Rahmi

dan Kurniawan, 2017). Pada sintesis ini digunakan 100 mL larutan elektrolit natrium sitrat 0,02 M. Proses sintesis dilakukan selama 15 menit pada suhu konstan ( $95^{\circ}\text{C}$ ) yang disertai dengan pengadukan 50 rpm. Sintesis dilakukan pada potensial 5V dan diulangi untuk masing-masing variasi potensial yang telah ditentukan (10, 15, 20, 25, 30, 35, 40, 45 dan 50 V). Setelah proses sintesis selesai, larutan didinginkan selama 5 jam pada suhu ruang dan dikarakterisasi menggunakan spektrofotometer UV-Vis. Karakterisasi ini dilakukan untuk menentukan absorbansi maksimum. Potensial yang menghasilkan absorbansi maksimum, kemudian digunakan sebagai parameter tetap pada proses sintesis selanjutnya (optimasi konsentrasi larutan elektrolit dan waktu).

### **3.2.5 Sintesis $\text{Al}_2\text{O}_3$ NPs (Pengaruh Konsentrasi Elektrolit) dan Karakterisasi UV-Vis**

Pada sintesis ini digunakan potensial tetap 40 V. Proses sintesis dilakukan selama 15 menit pada suhu konstan ( $95^{\circ}\text{C}$ ) yang disertai dengan pengadukan 50 rpm. Pada proses sintesis digunakan 100 mL larutan elektrolit natrium sitrat 0,02 M dan diulangi untuk masing-masing variasi konsentrasi larutan elektrolit yang telah ditentukan (0,06; 0,10; 0,14; 0,18; 0,22; 0,26; 0,30; 0,34; 0,38; dan 0,42 M). Setelah proses sintesis selesai, larutan didinginkan selama 5 jam pada suhu ruang dan dikarakterisasi menggunakan spektrofotometer UV-Vis. Karakterisasi ini dilakukan untuk menentukan absorbansi maksimum. Konsentrasi yang menghasilkan absorbansi maksimum, kemudian digunakan sebagai parameter tetap pada proses sintesis selanjutnya (optimasi waktu).

### **3.2.6 Sintesis $\text{Al}_2\text{O}_3$ NPs (Pengaruh Waktu Elektrolisis) dan Karakterisasi UV-Vis**

Pada sintesis ini digunakan potensial tetap 40 V dan konsentrasi tetap 0,18 M. Proses sintesis dilakukan pada suhu konstan ( $95^{\circ}\text{C}$ ) yang disertai dengan pengadukan 50 rpm. Proses

sintesis dilakukan selama 15 menit dan diulangi untuk masing-masing variasi waktu yang telah ditentukan (30, 45, 60 dan 75 menit). Setelah proses sintesis selesai, larutan didinginkan selama 5 jam pada suhu ruang dan dikarakterisasi menggunakan spektrofotometer UV-Vis. Karakterisasi ini dilakukan untuk menentukan absorbansi maksimum.

### **3.2.7 Karakterisasi XRD Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> NPs**

Nanopartikel yang diperoleh dari hasil sintesis, kemudian dikarakterisasi menggunakan *x-ray diffraction* (XRD) untuk mengetahui pola difraksi kristal dan jenis nanopartikel Al yang dihasilkan. Sebelum dikarakterisasi, sampel Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> NPs dikeringkan terlebih dahulu menggunakan oven bersuhu 110°C. Setelah sampel Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> NPs kering atau sudah dalam bentuk powder, sampel dikarakterisasi XRD dengan sudut panjang dari 5 hingga 90 nm.

### **3.2.8 Karakterisasi TEM-EDX Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> NPs**

Untuk mengetahui bentuk/morfologi dan ukuran partikel, sampel Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> NPs dikarakterisasi menggunakan *Transmission Electron Microscope* (TEM). Sedangkan untuk mengetahui komposisi unsur yang terdapat didalamnya, sampel Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> NPs juga dikarakterisasi menggunakan *Energy Dispersive X-ray* (EDX). Sebelum dikarakterisasi, sampel Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> NPs diultrasonifikasi selama 15 menit. Kemudian sampel Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> NPs ditetaskan langsung pada grid tembaga berlapis karbon 200 mesh. Grid kemudian dikeringkan dalam oven bersuhu 60°C selama ±1 jam. Setelah grid kering, sampel Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> NPs lalu dikarakterisasi menggunakan TEM-EDX.

### **3.2.9 Karakterisasi Zetasizer Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> NPs**

Untuk mengetahui distribusi ukuran Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> NPs yang terbentuk, sampel dikarakterisasi menggunakan instrumen *Zetasizer*. Sampel Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> NPs dikarakterisasi tanpa melalui proses preparasi.

### 3.2.10 Karakterisasi TGA-DTA Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> NPs

Untuk mempelajari sifat termal dan perubahan fasa yang terjadi pada Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> NPs hasil sintesis, sampel dikarakterisasi menggunakan *Thermogravimetric Analysis* (TGA) dan *Differential Thermal Analysis* (DTA). Sebelum dikarakterisasi, sampel dikeringkan terlebih dahulu menggunakan oven bersuhu 110°C. Setelah sampel Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> NPs kering atau sudah dalam bentuk powder, sampel dikarakterisasi TGA-DTA. Karakterisasi sampel dilakukan dalam atmosfer nitrogen, dengan laju pemanasan 10°C/menit (Chandra, dkk., 2012) dan pada rentang suhu 20-800°C.

## BAB IV

### HASIL DAN PEMBAHASAN

#### 4.1 Sintesis Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> NPs

Pada penelitian ini dilakukan sintesis aluminium oksida nanopartikel (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> NPs) melalui elektrolisis. Pada sintesis ini digunakan logam Al sebagai elektroda dan natrium sitrat sebagai larutan elektrolit. Proses elektrolisis dilakukan pada variasi potensial 5-50 volt, konsentrasi elektrolit 0,02-0,42 M dan waktu elektrolis selama 15-75 menit.

Pertama-tama dilakukan preparasi pada plat Al yang digunakan. Preparasi ini meliputi pemotongan plat ke dalam dimensi 90×4 mm, pengamplasan, pembersihan dan pembungkusan. Plat Al yang telah terpotong diamplas keenam sisinya agar permukaannya rata. Kemudian plat dibersihkan menggunakan aqua demineralisasi untuk menghilangkan pengotor yang bersifat polar dan aseton untuk menghilangkan pengotor yang bersifat non polar. Lalu plat dibungkus menggunakan kabel *heat shrink* sepanjang 70 mm. Pembungkusan ini dilakukan agar permukaan plat yang tercelup elektrolit memiliki dimensi sama, yaitu 10×4 mm dengan tebal 1 mm.

Proses elektrolisis dilakukan dalam larutan natrium sitrat yang dipanaskan. Anoda dan katoda dirangkai pada pembatas kayu agar jarak elektroda pada setiap pengulangan variasi sama atau terkontrol. Setelah suhu larutan mencapai 95°C, anoda dan katoda yang telah dirangkai dan terhubung dengan *power supply* dicelupkan ke dalam elektrolit. Kemudian *power supply* dinyalakan dan diatur potensialnya. Saat *power supply* dinyalakan, mulai timbul gelembung udara pada anoda dan katoda. Namun gelembung lebih banyak terdapat di katoda. Timbulnya gelembung udara pada kedua elektroda menandakan adanya reaksi yang terjadi di dalam sistem. Gelembung udara yang dihasilkan semakin banyak seiring dengan peningkatan

potensial. Hal ini menandakan bahwa semakin tinggi potensial yang digunakan, maka reaksi yang berjalan akan semakin cepat. Begitupun dengan penambahan konsentrasi elektrolit. Semakin tinggi konsentrasi elektrolit yang digunakan, maka akan semakin cepat reaksi dan gelembung yang dihasilkan akan lebih banyak.

Selama proses berlangsung tidak ditemui perubahan warna larutan pada variasi potensial maupun konsentrasi. Hal ini karena pada dasarnya aluminium memiliki warna putih, sehingga dalam bentuk nano akan sangat sukar jika diamati secara langsung. Namun terjadi penggumpalan pada variasi waktu. Endapan berwarna putih timbul saat proses elektrolisis dilakukan selama 75 menit. Endapan putih juga timbul pada sampel 60 menit setelah didinginkan selama 30 menit. Setelah didiamkan selama 12 jam, endapan putih juga timbul pada sampel 45 menit. Hal ini terjadi karena proses elektrolisis dilakukan dalam waktu yang lama. Sehingga akan semakin banyak ion yang terbentuk di dalam sistem. Ion-ion tersebut akan mengurangi kemampuan partikel untuk menghambat terjadinya aglomerasi. Akibatnya, larutan menjadi tidak stabil dan tumbuh dengan proses koagulasi menjadi partikel yang lebih besar (Budipramana, 2014).

## 4.2 Analisa Reaksi

Pada penelitian ini, elektrolit dibuat dari garam tri-natrium sitrat dihidrat yang dilarutkan ke dalam aqua demineralisasi. Dalam elektrolisis larutan senyawa ion ini terdapat pelarut ( $H_2O$ ) yang dapat mengganggu sistem. Sehingga air dapat ikut bereaksi, baik pada katoda maupun anoda (Syukri, 1999). Pada penelitian ini tidak digunakan elektroda inert. Sehingga perlu dilihat ada atau tidaknya persaingan di dalam sistem. Berikut merupakan nilai potensial reduksi standar ( $E^0$ ) yang memungkinkan jika dilihat dari barebagai bahan yang digunakan :

- $Al^{3+}_{(aq)} + 3e \leftrightarrow Al_{(s)} \quad E^0 = -1,66 \text{ V}$
- $2H_2O_{(l)} + 2e \leftrightarrow H_{2(g)} + 2OH^{-}_{(g)} \quad E^0 = -0,83 \text{ V}$

Pada penelitian ini, reaksi diduga terjadi pada larutan terlebih dahulu. Telah diketahui bahwa natrium sitrat memiliki nilai  $E^0 = -0180$  V (Pacioni, dkk., 2015). Sehingga reaksi reduksi akan cenderung terjadi pada air yang akan menghasilkan gelembung hidrogen ( $H_2$ ) dan ion hidroksida ( $OH^-$ ). Jika dilihat dari nilai  $E^0$  pada reaksi di atas, logam Al ( $Al^0$ ) cenderung mengalami oksidasi menjadi ion  $Al^{3+}$ . Sehingga di dalam larutan akan terdapat ion  $OH^-$  dan  $Al^{3+}$ . Kedua ion ini kemudian akan bereaksi membentuk  $Al(OH)_3$ . Sehingga selain ion  $OH^-$  dan  $Al^{3+}$ , dilarutkan juga akan terdapat  $Al(OH)_3$  yang memiliki nilai potensial reduksi standar sebagai berikut :



Nilai  $E^0$   $Al(OH)_3$  yang cenderung lebih negatif dibandingkan dengan  $Al^{3+}$  mengakibatkan adanya persaingan. Sehingga reaksi oksidasi akan cenderung melibatkan  $Al(OH)_3$ . Namun masih adanya ion  $Al^{3+}$  pada larutan akan mengganggu sistem.

Ada atau tidaknya gangguan reaksi pada sistem dapat dianalisis secara kualitatif dari banyaknya elektroda yang meluruh ke dalam larutan menjadi ion-ion. Menurut Koryta, dkk., (1993) potensial berbanding lurus dengan arus listrik. Sedangkan arus listrik berbanding lurus dengan massa elektroda yang terion. Hal ini dapat terjadi karena ion hanya akan terbentuk dibawah pengaruh medan listrik yang mengalir melalui larutan. Sehingga semakin besar potensial yang digunakan akan semakin banyak logam yang terlarut. Namun pada penelitian ini elektroda mengalami perubahan massa yang tak teratur. Oleh sebab itu timbul dugaan bahwa penggunaan natrium sitrat sebagai elektrolit masih dinilai kurang cocok untuk sintesis  $Al_2O_3$  NPs. Karena perubahan massa yang tak teratur dapat mengindikasikan adanya gangguan pada sistem akibat reaksi yang terbentuk selama proses elektrolisis berlangsung. Perubahan masa anoda untuk pengaruh potensial, konsentrasi elektrolit dan waktu elektrolisis dapat dilihat berturut-turut pada Tabel 4. 1, Tabel 4. 2 dan Tabel 4. 3.

Tabel-tabel tersebut menunjukkan rata-rata ( $\bar{X}$ ) selisih massa pada anoda yang mengalami penambahan setelah dilakukan elektrolisis. Namun penambahan massa pada elektroda tidak signifikan dan tidak beraturan. Hal ini dapat terjadi karena ion  $Al^{3+}$  dan  $Al(OH)_3$  pada larutan saling bersaing dan mempengaruhi reaksi satu sama lainnya. Oleh sebab itu, rata-rata selisih massa pada anoda ini tidak dapat dijadikan sebagai data acuan, baik untuk pengaruh potensial, konsentrasi elektrolit maupun waktu elektrolisis terhadap massa elektroda, akibat banyaknya gangguan di dalam sistem.

**Tabel 4. 1** Rata-rata selisih massa anoda untuk pengaruh potensial

<b>Potensial (V)</b>	<b>Rata-rata / <math>\bar{X}</math> (g)</b>
5	0,0003 ± 0,0003
10	0,0002 ± 0,0003
15	0,0004 ± 0,0004
20	0,0002 ± 0,0003
25	0,0007 ± 0,0002
30	0,0006 ± 0,0003
35	0,0005 ± 0,0004
40	0,0008 ± 0,0001
45	0,0006 ± 0,0005
50	0,0005 ± 0,0004

**Tabel 4. 2** Rata-rata selisih massa anoda untuk pengaruh konsentrasi elektrolit

<b>Konsentrasi Elektrolit (M)</b>	<b>Rata-rata / <math>\bar{X}</math> (g)</b>
0,02	0,0002 ± 0,0002
0,06	0,0003 ± 0,0002
0,10	0,0006 ± 0,0002
0,14	0,0008 ± 0,0003
0,18	0,0010 ± 0,0004
0,22	0,0011 ± 0,0005
0,26	0,0010 ± 0,0003
0,30	0,0014 ± 0,0009
0,34	0,0012 ± 0,0002
0,38	-0,0181 ± 0,0340
0,42	0,0016 ± 0,0005

Tanda (-) menunjukkan jika rata-rata selisih massa berkurang sebanyak 0,0181 g.

**Tabel 4. 3** Rata-rata selisih massa anoda untuk pengaruh waktu elektrolisis

<b>Waktu Elektrolisis (menit)</b>	<b>Rata-rata / <math>\bar{X}</math> (g)</b>
15	0,0007 ± 0,0001
30	0,0008 ± 0,0003
45	0,0007 ± 0,0002
60	0,0004 ± 0,0003
75	0,0004 ± 0,0003

$\text{Al(OH)}_3$  akan berubah kedalam bentuk  $\text{Al}_2\text{O}_3$  (Ginting dan Bukit, 2015 dan Kolo, 2016) jika dilakukan pemanasan seperti pada reaksi berikut :



***“Halaman ini sengaja dikosongkan”***

## **BAB V**

### **KESIMPULAN**

#### **5.1 Kesimpulan**

Aluminium nanopartikel (Al NPs) dapat disintesis menggunakan metode elektrokimia dalam larutan natrium sitrat. Produk hasil sintesis diindikasikan sebagai alumina nanopartikel ( $\text{Al}_2\text{O}_3$  NPs) sesuai standar JCPDS 046-1131 untuk  $\delta\text{-Al}_2\text{O}_3$  dan JCPDS 023-1009 untuk  $\theta\text{-Al}_2\text{O}_3$ . Hasil analisa TEM menunjukkan bahwa  $\text{Al}_2\text{O}_3$  NPs yang diperoleh adalah agregat  $\text{Al}_2\text{O}_3$  dengan nanopartikel didalamnya. Nanopartikel tersebut memiliki ukuran 36-63 nm dengan bentuk yang seragam pada tiap titik pemindaian. Hasil analisa EDX mengidentifikasi adanya sinyal unsur Al sebesar 7,08 % dan O sebesar 82,65%. Kondisi optimum diperoleh pada potensial 40 V dalam 0,18 M larutan natrium sitrat dengan waktu elektrolisis 45 menit. Pada kondisi ini sampel dinilai lebih stabil dalam bentuk koloidnya. Hasil uji ANOVA dan LSD menunjukkan bahwa potensial tidak mempengaruhi panjang gelombang yang didapat karena data tidak menunjukkan adanya perbedaan yang signifikan. Sedangkan konsentrasi elektrolit dan waktu elektrolisis mempengaruhi panjang gelombang yang didapat karena data menunjukkan perbedaan yang signifikan. Hasil analisa TGA-DTA mengidentifikasi bahwa produk yang diperoleh berupa campuran alumina ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) dan natrium sitrat ( $\text{C}_6\text{H}_7\text{NaO}_7$ ).

#### **5.2 Saran**

Pada penelitian ini telah dipelajari pengaruh perubahan potensial, konsentrasi elektrolit dan waktu elektrolisis terhadap pembentukan  $\text{Al}_2\text{O}_3$  NPs. Namun nanopartikel yang dihasilkan belum sepenuhnya stabil karena masih ditemukan endapan pada sampel jika dидiamkan dalam jangka waktu yang lama. Produk yang dihasilkan juga masih berbentuk agregat  $\text{Al}_2\text{O}_3$  yang

mengganggu dalam analisa *zetasizer*. Dari hasil analisa XRD, EDX, serta TGA dan DTA ditemui adanya natrium sitrat sebagai zat pengotor. Oleh sebab itu untuk penelitian selanjutnya perlu dilakukan studi khusus yang mencakup penstabilan dan pemurnian produk Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> NPs.

## DAFTAR PUSTAKA

- Aliofkhazraei, M. dan Rouhaghdam, A. S. (2010). "Fabrication of Nanostructures by Plasma Electrolysis". WILEY-VCH Verlag & Co. Germany.
- Budipramana, Y., Suprpto., Ersam, T. dan Kurniawan, F. (2014). "Synthesis Nickel Hidroksida by Electrolysis at High Voltage". *ARNP Journal of Engineering and Applied Sciences*. 9(11), 2074–77.
- Budipramana, Y., Suprpto, Ersam, T. dan Kurniawan, F. (2016). "Influence of CTAB and Sonication on Nickel Hidroksida Nanoparticles Synthesis by Electrolysis at High Voltage". *Proceedings of Second International Conference on Electrical Systems, Technology and Information 2015(ICESTI 2015)*. Lecture Notes in Electrical Engineering (Springer, Singapore). 345-51.
- Chandra, S., Kumar, A. dan Tomar, P. K. (2012). "Synthesis of Al Nanoparticles: Transmission Electron Microscopy, Thermal and Spectral Studies". *Spectrochimica Acta - Part A: Molecular and Biomolecular Spectroscopy*. 92, 392–97.
- Coz, L. F., Arurault, L., Fontorbes, S., Vilar, V., Datas, L. dan Winterton, P. (2010). "Chemical Composition and Structural Changes of Porous Templates Obtained by Anodising Aluminium in Phosphoric Acid Electrolyte". *Surface and Interface Analysis*. 42(4), 227–233.
- Dodd, J. W. dan Tonge, K. H. (1987). "Thermal Methods". ACOL. London.
- Fitriyana dan Kurniawan, F. (2015). "Polyaniline-Invertase-Gold Nanoparticles Modified Gold Electrode for Sucrose Detection". *Indoneisan Journal of Chemistry*. 15(3), 226–

33.

- Ghorbani, H. R. (2014). "A Review of Methods for Synthesis of Al Nanoparticles". *Oriental Journal of Chemistry*. 30(4), 1941–49.
- Ginting, E. M. dan Bukit, N. (2015). "Synthesis and Characterization of Alumina Precursors Derived from Aluminum Metal through Electrochemical Method". *Indonesian Journal of Chemistry*. 15(2), 123–29.
- Guo, Z. dan Tan, L. (2009). "Fundamentals and Applications of Nanomaterials". ARTECH HOUSE. Norwood.
- Hatch, J. E. (1984). "Aluminum Properties and Physical Metallurgy". ASM International. Ohio.
- Husna. Q. (2011). "Optimasi Konsentrasi Na-Sitrat Dan Pengaruh Potensial Dalam Sintesis Emas Nano Partikel". *Thesis*. Institut Teknologi Sepuluh Nopember.
- Joshi, M., Bhattacharyya, A. dan Ali, S. W. (2008). "Characterization Techniques for Nanotechnology Applications in Textiles". *Indian Journal of Fibre and Textile Research*. 33(3), 304–17.
- Kassae, M. Z. dan Buazar, F. (2009). "Technical Paper: Al Nanoparticles: Impact of Media and Current on the Arc Fabrication". *Journal of Manufacturing Processes*. 11(1), 31–37.
- Kolo, M. M. (2016). "Sintesis Nanopartikel Aluminium Oksida Dengan Metode Elektrokimia". *Thesis*. Institut Teknologi Sepuluh Nopember.

- Kuladeep, R., Jyothi, L., Prakash, P., Shekhar, S. M., Prasad, M. D. dan Rao, D. N. (2013). "Investigation of Optical Limiting Properties of Aluminium Nanoparticles Prepared by Pulsed Laser Ablation in Different Carrier Media". *Journal of Applied Physics*. 114 (24), 1-10.
- Kurniawan, F. (2008). "New Analytical Applications of Gold Nanoparticles". *Dissertation*. University of Regensburg.
- Kurniawan, F., Kiswiyah, N. S. A., Madurani, K. A. dan Tominaga, M. (2017). "Single-Walled Carbon Nanotubes-Modified Gold Electrode for Dopamine Detection". *ECS Journal of Solid State Science and Technology*. 6(6), M3109–12.
- Lerner, M. I., Glazkova, E. A., Lozhkomoev, A. S., Svarovskaya, N. V., Bakina, O. V., Pervikov, A. V. dan Psakhie, S. G. (2016). "Synthesis of Al Nanoparticles and Al/AlN Composite Nanoparticles by Electrical Explosion of Aluminum Wires in Argon and Nitrogen". *Powder Technology*. 295, 307–14.
- Mahendiran, C., Ganesan, R. dan Gedanken, A. (2009). "Sonoelectrochemical Synthesis of Metallic Aluminum Nanoparticles". *European Journal of Inorganic Chemistry*. (14), 2050–53.
- Malvern Instrument Ltd. (2017). ZETASIZER NANO Series PERFORMANCE, SIMPLICITY, VERSATILITY<URL : <http://www.malvern.com/>>
- Marcilla, A., Gómez-Si urana, A., Beltrán, M., Martínez-Castellanos, I., Blasco, I. dan Berenguer, D. (2017). "TGA/FTIR Study of The Behavior of Sodium and

- Potassium Citrates in The Decomposition of 3R4F Tobacco. N<sub>2</sub> and Air Atmospheres". *Thermochimica Acta*. 657, 31-38.
- MSDS. (2018). "Material Safety Data Sheet Sodium Citrate Dihydrate MSDS". Science Lab. com Chemicals & Laboratory Equipment< URL : <http://www.sciencelab.com/msds.php?msdsId=9927264>>
- Owen, T. (2000). "Fundamentals of Modern UV-Visible Spectroscopy". Agilent Technologies. Germany.
- Pacioni, N. L., Borsarelli, C. D., Rey, V. dan Veglia, A. V. (2015). "Synthetic Routes for The Preparation of Silver Nanoparticles". *Silver Nanoparticles Applications, Engineering Materials*. Springer International Publishing. Switzerland.
- Rahmah, S. dan Kurniawan, F. (2017). "Electrochemical Methods for Manufacturing Silver Nanoparticles". *Advances in Social Science, Education and Humanities Research*. 100, 292–294.
- Rahmi, R. dan Kurniawan, F. (2017). "Synthesis of SnO<sub>2</sub> Nanoparticles by High Potential Electrolysis". *Bulletin of Chemical Reaction Engineering & Catalysis*. 12(2), 1-6.
- Rouessac, F. dan Rouessac, A. (2000). "Chemical Analysis Modern Instrumentation Methods and Techniques". John Wiley & Sons, Ltd. Chichester.
- Sen, P., Ghosh, J., Abdullah, A., Kumar, P. dan Vandana. (2003). "Preparation of Cu, Ag, Fe and Al Nanoparticles by The Exploding Wire Technique". *Proceedings of Indian Academy of Science*. 115(5-6), 449-508.

Syukri, S. (1999). "Kimia Dasar". ITB. Bandung.

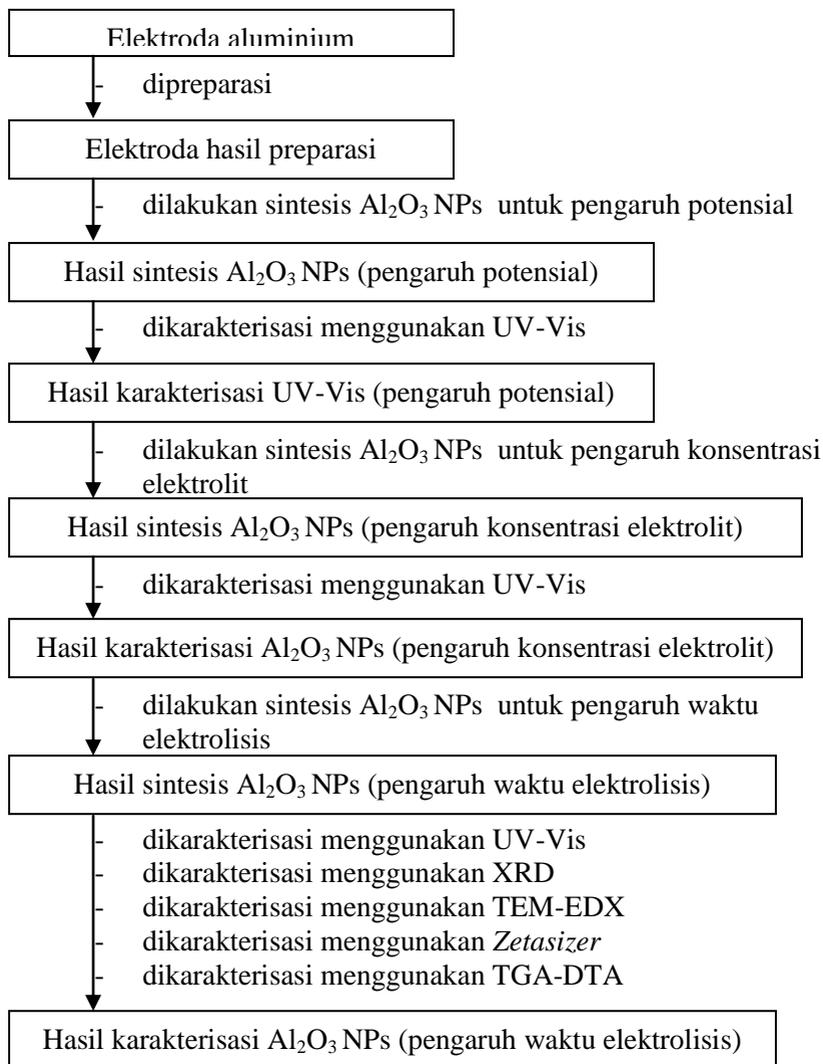
Stratakis, E., Barberoglou, M., Fotakis, C., Viau, G., Garcia, C. dan Shafeev, G. A. (2009). "Generation of Al Nanoparticles via Ablation of Bulk Al in Liquids with Short Laser Pulses". *Optics Express*. 17(15), 12650–59.

Zulkarnain, Suprpto, Ersam, T. dan Kurniawan, F. (2016). "A Novel Selective and Sensitive Electrochemical Sensor for Insulin Detection". *Indonesian Journal of Electrical Engineering and Computer Science*. 3(3), 496–502.

***“Halaman ini sengaja dikosongkan”***

## LAMPIRAN

### LAMPIRAN A : SKEMA KERJA



***“Halaman ini sengaja dikosongkan”***

## BIODATA PENULIS



Penulis dengan nama lengkap Silmi Diah Anggraeni dilahirkan di Cimahi, tanggal 27 Januari 1995. Penulis telah menempuh pendidikan formal di SDN Cimahi Mandiri I (2001-2007), SMPN 3 Cimahi (2007-2010) dan SMAN 2 Cimahi (2010-2013). Pada tahun 2013 penulis diterima di Departemen Kimia FIA – ITS Surabaya melalui jalur SBMPTN dan terdaftar dengan NRP.

01211340000089. Di departemen ini penulis mendalami bidang minat kimia instrumentasi dan sains analitik dibawah bimbingan Dr. rer. nat. Fredy Kurniawan, M. Si. Penulis sempat aktif dalam organisasi Himpunan Mahasiswa Kimia (HIMKA) ITS sebagai staf *Economy Department* (2014-2015) dan tergabung dalam kepanitiaan *Chemistry Week* 6 (2014) - 7 (2015). Selama masa perkuliahan, penulis juga sempat aktif dalam UKM paduan suara mahasiswa ITS (2013-2015). Di tahun 2016 penulis pernah melaksanakan praktek kerja lapangan di laboratorium PT Pertamina (Persero) Refinery Unit VI, Balongan - Indramayu. Pada tahun 2017 penulis pernah meraih juara 3 dalam presentasi karya ilmiah skema Program Kreativitas Mahasiswa – Penelitian Eksakta di PIMNAS 30, UII Makassar. Penulis dapat dihubungi melalui email [silmi.diahanggraeni@gmail.com](mailto:silmi.diahanggraeni@gmail.com)