



**TUGAS AKHIR - SF 091321**

**SINTESIS SERBUK  $\text{Al}_2\text{O}_3$  MENGGUNAKAN  
METODE LOGAM-TERLARUT ASAM**

Dianita Wardani  
NRP 1110 100 008

Dosen Pembimbing  
Prof. Suminar Pratapa, Ph.D

JURUSAN FISIKA  
Fakultas Matematika Dan Ilmu Pengetahuan Alam  
Institut Teknologi Sepuluh Nopember  
Surabaya 2014



**TUGAS AKHIR - SF 091321**

**SYNTHESIS POWDER  $\text{Al}_2\text{O}_3$  USING METAL-DISSOLVED ACID METHODS**

Dianita Wardani  
NRP 1110 100 008

Advisor  
Prof. Suminar Pratapa, Ph.D

PHYSICS DEPARTMENT  
Faculty of Mathematics and Natural Science  
Institut Teknologi Sepuluh Nopember  
Surabaya 2014

**Sintesis Serbuk  $\text{Al}_2\text{O}_3$  Menggunakan Metode Logam-Terlarut  
Asam**

**TUGAS AKHIR**

**Diajukan untuk Memenuhi Salah Satu Syarat Memperoleh  
Gelar Sarjana Sains**

**pada**

**Bidang Studi Material**

**Program Studi S-1 Jurusan Fisika**

**Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam**

**Institut Teknologi Sepuluh Nopember**

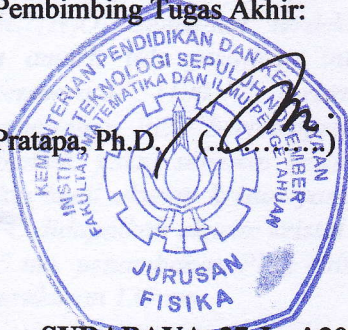
**Oleh :**

**Dianita Wardani**

**1110100008**

**Disetujui oleh Pembimbing Tugas Akhir:**

**Prof. Suminar Pratapa, Ph.D.**



**SURABAYA, 27 Juni 2014**

## Sintesis Serbuk $\text{Al}_2\text{O}_3$ Menggunakan Metode Logam-Terlarut Asam

**Nama** : Dianita Wardani  
**NRP** : 1110 100 008  
**Jurusan** : Fisika FMIPA-ITS  
**Pembimbing** : Prof. Suminar Pratapa, Ph.D.

### Abstrak

*Dalam Tugas Akhir ini telah dilakukan sintesis serbuk  $\text{Al}_2\text{O}_3$  dengan variasi temperatur dan penambahan polietilen glikol (PEG). Bahan dasar yang digunakan dalam penelitian ini adalah serbuk aluminium (Al Merck), larutan HCl (Merck 37%) dan sebagai templat (gugus 400 dan 1000, disingkat PEG400 dan PEG1000). Sintesis  $\text{Al}_2\text{O}_3$  ini dilakukan dengan menggunakan metode logam-terlarut asam dengan waktu kalsinasi 1 jam pada variasi temperatur 100°C, 300°C, 900°C, 1000,1050 dan 1100 setelah mempertimbangkan data DTA-TG serbuk hasil pengeringan. Karakterisasi dilakukan dengan instrumen X-Ray Diffractometer (XRD). Analisis data XRD meliputi identifikasi fasa, perhitungan komposisi fasa dan estimasi ukuran kristal. Hasil analisis menunjukkan bahwa setiap kenaikan temperatur menyebabkan perubahan fasa, yang awalnya terbentuk kloraluminat ( $\text{AlCl}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ) kemudian terdekomposisi sehingga membentuk fasa amorf, lalu fasa-fasa intermediat alumina, sampai pada temperatur 1100 °C terbentuk fasa  $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$  (korundum). Penambahan PEG berpengaruh terhadap ukuran kristal yang terbentuk, yakni semakin besar gugus PEG yang digunakan semakin kecil ukuran kristal yang didapatkan. Pada temperatur 1100°C didapatkan ukuran kristal tanpa penambahan PEG sebesar 235 nm, penambahan PEG 400 berukuran 217 nm dan PEG 1000 berukuran 139 nm.*

***Kata Kunci: Metode logam-terlarut, fasa-fasa intermediat,  
 $\alpha$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, PEG, XRD, PEG, ukuran kristal***

## Synthesis Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Powder Using Metal-Dissolved Acid Methods

**Name** : Dianita Wardani  
**NRP** : 1110 100 008  
**Major** : Physics, Mathematics and Science  
Faculty-ITS  
**Advisor** : Prof. Suminar Pratapa, Ph.D.

### Abstract

*The metal-dissolved method has been implemented on the synthesis of Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> with temperature variations and the addition of polyethylene glycol (PEG). The basic materials used in this study were aluminum powder (Al Merck), HCl (Merck 37%) and PEG as a template (PEG 400 and 1000). Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> synthesis was performed using metal-dissolved acid methods for about one-hour calcinations on temperature variation of 100°C, 300°C, 900 °C, 1000°C, 1050°C and 1100°C. The phase characterization was performed using X-ray diffractometer (XRD), where the data were then analysed phase identification, composition calculation and crystallites size estimation. The analyses showed that there were phase changes with calcination temperature, which was originally formed chloraluminite (AlCl<sub>3</sub>.H<sub>2</sub>O) after drying then into amorphous phase and Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> intermediate phases below 1100°C and then stable corundum (α-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) at 1100°C. The addition of PEG affected the crystal size, eg. after 1100°C calcination, the crystallite size of corundum was 235 nm for sample without PEG, but then decreases to 217 nm for the PEG400 added sample and then to 139 nm for the PEG1000 added sample.*

***Keywords: Choraluminite, amorphous Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, intermediate Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> phases, α-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, XRD, PEG, Metal dissolved acid method***

## KATA PENGANTAR

Puji syukur penulis panjatkan Kehadirat Allah SWT yang telah melimpahkan segala rahmat- Nya, sehingga penulis dapat menyelesaikan Laporan Tugas Akhir sebagai syarat wajib untuk mendapatkan gelar kesarjanaan jurusan Fisika FMIPA ITS dengan judul:

### **Sintesis Serbuk $Al_2O_3$ Menggunakan Metode Logam- Terlarut Asam**

Penulis menyadari dengan terselesaikannya penulisan Laporn Tugas Akhir ini tidak terlepas dari bantuan dan dukungan dari berbagai pihak, maka pada kesempatan ini penulis mengucapkan terima kasih kepada:

1. Bapak Prof.Dr.Suminar Pratapa, M.Sc., Ph.D, selaku dosen pembimbing yang selalu memberikan wawasan, bimbingan dan motivasi sehingga penulis dapat menyelesaikan Laporan Tugas Akhir.
2. Ayah dan Ibuku tercinta yang selalu memberikan kasih sayang, cinta, perhatian, dukungan spiritual dan moral terhadap keberhasilan penulis menyelesaikan Tugas Akhir.
3. Adik - adikku tercinta Mohammad Iqbal Wardana dan Adhiska Novianti H yang selalu memberi motivasi dalam duka maupun suka.
4. Bapak Dr. Yono Hadi P., M.Eng dan Dr. Melani Suweni M., MT., selaku Ketua Jurusan Fisika dan Wakil Jurusan Fisika FMIPA ITS
5. Seluruh staf pengajar Jurusan Fisika ITS
6. Segenap karyawan Laboratorium Fisika Material Jurusan Fisika ITS
7. Tim penelitian Metode *Dissolved- Method* Linda, Ella ADK, Dina, Elok, Mbak Lisma, Mbak Ira, Mbak Gabby,



Mbak Ova, Mas dewa dan Mas Fahad yang senantiasa membantu dan berdiskusi di Laboratorium.

8. Sahabat- sahabat yang senantiasa ada saat masa kuliah maupun penulisan Tugas Akhir ini yakni Ira Endra, Dessy Efhana, Anggris B.R, Satya Hermansyah, M Nasrullah dan Kurnia A yang selalu memberi dukungan disaat penulis sedih maupun bahagia.
9. Keluarga besar kost Keputih 1.D no.55 yang tidak dapat tersebutkan satu- satu.
10. Teman- teman Cosmic yang selalu memberikan semangat, dukungan dan bantuan selama masa kuliah, khususnya dalam pengerjaan Tugas Akhir ini, keluarga dan teman- teman terbaik yang saya miliki.

Penulis menyadari atas keterbatasan kemampuan dan ilmu pengetahuan, oleh karena itu penulis berharap akan menerima kritik dan saran yang membangun demi kesempurnaan penulisan Tugas Akhir ini. Semoga Tugas Akhir ini bermanfaat bagi perkembangan ilmu pengetahuan serta memberikan inspirasi bagi pembaca untuk mengembangkan lebih lanjut.

Surabaya, 27 Juni 2014

Penulis

## DAFTAR ISI

<b>Halaman Judul .....</b>	<b>i</b>
<b>Lembar Pengesahan .....</b>	<b>iii</b>
<b>Abstrak .....</b>	<b>iv</b>
<b>Kata Pengantar .....</b>	<b>ix</b>
<b>Daftar Isi .....</b>	<b>x</b>
<b>Daftar Gambar .....</b>	<b>xiii</b>
<b>Daftar Tabel .....</b>	<b>xv</b>
<b>Daftar Lampiran .....</b>	<b>xvii</b>

### **BAB I PENDAHULUAN**

1.1 Latar Belakang .....	1
1.2 Perumusan Masalah.....	2
1.3 Tujuan Penelitian.....	2
1.4 Batasan Masalah.....	2
1.5 Manfaat Penelitian.....	3
1.6 Sistematika Laporan.....	3

### **BAB II TINJAUAN PUSTAKA**

2.1 Aluminium.....	5
2.2 Aluminium Oksida ( $Al_2O_3$ ) .....	6
2.3 Bahan Keramik .....	9
2.4 Nanomaterial .....	9
2.5 Teknologi Nano .....	10
2.6 Poliethilen Glikol (PEG) .....	11
2.7 Difraksi Sinar-X (XRD) .....	12
2.8 Analisis Komposisi Fasa .....	16
2.9 Analisis Menggunakan Metode <i>Rietveld</i> .....	17

### **BAB III METODOLOGI PENELITIAN**

3.1 Alat dan Bahan .....	21
3.1.1 Alat.....	21
3.1.2 Bahan.....	21
3.2 Prosedur Penelitian .....	21

3.2.1 Sintesis Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> tanpa penambahan PEG.....	21
3.2.2 Sintesis Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> penambahan PEG .....	23
3.3 Analisis Termal .....	24
3.4 Analisis Hasil Sintesis .....	25
3.3.1 Karakterisasi <i>X-Ray Diffraction</i> (XRD) .....	25
3.5 Diagram Alir Penelitian.....	28

#### **BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN**

4.1 Hasil Sintesis .....	29
4.2 Analisis Termal .....	33
4.3 Analisis Karakterisasi Fasa.....	36
4.3.1 Analisis Kualitatif.....	36
4.3.2 Analisis Kuantitatif .....	41
4.4 Analisis Ukuran Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> .....	46

#### **BAB V KESIMPULAN DAN SARAN**

5.1 Kesimpulan.....	51
5.2 Saran.....	51

#### **DAFTAR PUSTAKA ..... 53**

#### **LAMPIRAN..... 55**

## DAFTAR TABEL

Tabel 2.1	Karakteristik Alumunium.....	6
Tabel 3.1	Numenkatur sampel .....	26
Tabel 4.1	Hasil analisis termal menggunakan termogravimeter .....	35
Tabel 4.2	Nilai FoM hasil penghalusan Rietveld untuk sampel Al Temperatur 1100°C .....	44
Tabel 4.3	Parameter kisi sampel Al pada Temperatur 1100°C .....	44
Tabel 4.4	Kristalisasi $\alpha$ -Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> sampel Al pada Temperatur 1100°C .....	45
Tabel 4.5	Tabel FoM penghalusan dengan MAUD sampel Al pada Temperatur 1050°C dan 1100°C.....	48
Tabel 4.6	Ukuran kristal dengan MAUD sampel Al pada Temperatur 1050°C dan 1100°C .....	48

“Halaman ini sengaja dikosongkan”

## DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1	Transformasi fasa pada alumina murni .....	7
Gambar 2.2	Transformasi fasa trihidrat $\alpha$ - ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) pada proses pemanasan .....	8
Gambar 2.3	Transformasi fasa monohidrat $\alpha$ - ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) pada proses pemanasan .....	8
Gambar 2.4	Struktur kristal $\alpha$ - ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) .....	9
Gambar 2.5	Struktur Polietilen Glikol (PEG) .....	11
Gambar 2.6	Difraksi Sinar-X pada Kristal.....	14
Gambar 3.1	Proses sintesis sampai menjadi prekursor serbuk $\text{Al}_2\text{O}_3$ .....	23
Gambar 3.2	Seperangkat peralatan XRD Philips X'Pert MPD ( <i>Multi Purpose Diffractometer</i> ) system. ....	26
Gambar 3.3	Skema kerja Percobaan. ....	28
Gambar 4.1	Hasil pencampuran larutan prekursor Al dalam HCl (tanpa penambahan PEG). ....	29
Gambar 4.2	Hasil pencampuran larutan prekursor Al dengan HCl yang telah dikeringkan pada $100^\circ\text{C}$ . ....	30
Gambar 4.3	Hasil pengeringan material seperti Gambar 4.2 yang telah ditumbuk dengan mortar (a) serbuk LA6, (b) serbuk LB6 .....	31
Gambar 4.4	Serbuk yang telah dikalsinasi pada temperatur $300^\circ\text{C}$ , $1100^\circ\text{C}$ dan $900^\circ\text{C}$ dengan waktu tahan 1 jam (a) serbuk LA2, (b) serbuk LB6 dan (c) serbuk LC3.....	32
Gambar 4.5	Hasil uji DSC – TGA $\text{Al}_2\text{O}_3$ dengan PEG1000 temperatur $100^\circ\text{C}$ kode LC1.....	34
Gambar 4.6	Pola Difraksi Sinar X untuk sampel tanpa PEG LA1-LA6 dengan Kalsinasi 1 jam. ....	39
Gambar 4.7	Pola Difraksi Sinar X untuk sampel PEG400 LB1-LB6 dengan Kalsinasi 1 jam. ....	40
Gambar 4.8	Pola Difraksi Sinar X untuk sampel PEG1000 LC1-LC6 dengan Kalsinasi 1 jam. ....	41

Gambar 4.9	Pola difraksi pemodelan Aluminium Dioksida (korundum).....	42
Gambar 4.10	Contoh pola hasil penghalusan sampel dengan kode LC6 menggunakan metode Rietveld. ....	43
Gambar 4.11	Plot hasil penghalusan menggunakan MAUD ( $\lambda_{\text{CuK}\alpha} = 1,54056 \text{ \AA}$ ) untuk sampel LA6 .....	47

# BAB I

## PENDAHULUAN

### 1.1 Latar Belakang

Indonesia merupakan negara yang memiliki sumber daya alam yang melimpah. Bahan-bahan alami yang siap diolah banyak tersedia di negeri ini. Mulai dari minyak, gas, tanah, dan berbagai bahan mineral lain. Tidak terkecuali bahan-bahan oksida seperti yang sering diaplikasikan pada teknologi yang semakincanggih di jaman sekarang, seperti  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{SiO}_2$ ,  $\text{TiO}_2$ ,  $\text{MgO}$ , dan  $\text{ZnO}$ .

Aluminium oksida ( $\text{Al}_2\text{O}_3$  atau alumina) tergolong salah satu jenis keramik oksida atau keramik teknik yang aplikasinya cukup luas, misalnya di bidang elektronik, termal, kimia katalis dan mekanik. Alumina merupakan polimorfi, yang berdasarkan struktur kristalnya dapat digolongkan menjadi  $\gamma$ -alumina,  $\beta$ -alumina,  $\delta$ -alumina,  $\theta$ -alumina,  $\kappa$ -alumina,  $\chi$ -alumina dan  $\alpha$ -alumina  $\text{Al}_2\text{O}_3$  atau disebut korundum (Stumpf, 1950). Sebagai bahan paling tahan suhu tinggi yang berkisar sampai temperature 1700, juga merupakan material yang sangat keras dan kuat sehingga sering dipakai sebagai bahan di bidang teknik misal bahan pada struktur pesawat. Di samping itu, konduktivitas listriknya sangat rendah sehingga cocok digunakan sebagai bahan isolator listrik (Li, 2006).

Beberapa metode sintesis alumina yang telah dikenal adalah sol gel (Sun et al., 2004; Li et al., 2005), presipitasi (Potdar et al., 2007; Dash et al., 2008), preparasi dan luminasi (Liu et al., 2009), proses kalsinasi prekursor (Saptawendar et al., 2011), hedrotermal (Delgado, 2006). Beberapa metode di atas dirasa kurang efektif dan efisien, di antaranya metode sol gel membutuhkan waktu yang lama untuk pembentukan gelnnya, bahan dasar yang relatif mahal. Metode presipitasi kurang efektif. Berdasarkan hal tersebut, maka pada penelitian ini akan digunakan pencampuran antara aluminium dan cairan asam (HCl) dengan metode (metal-



dissolved method), yang dianggap lebih efisien, karena proses sintesis yang sederhana dan dapat menghasilkan material nanometrik (Angela, 2011; Lestari, 2011; Haryani, 2014).

Untuk membentuk, mengontrol ukuran dan struktur dari partikel alumina adalah menggunakan polietilen glikol (PEG). Banyak penelitian yang menggunakan manfaat PEG antara lain misalnya, di bidang lingkungan PEG digunakan dalam sintesis membran padat untuk dekolorisasi limbah cair (Puspita, 2009), di bidang kesehatan PEG 400, 3000, 8000 dapat digunakan sebagai media pengiriman obat (polyamine) ke dalam tubuh, untuk kemotrapi kanker (Fujimori, 2005; Sanyakhamdhorn, 2014).

Dari penelitian-penelitian sebelumnya dapat diangkat sebuah persoalan riset tentang bagaimana pembentukan alumina dan karakterisasinya dengan menggunakan metode logam terlarut dengan dan tanpa penambahan PEG (variasi 400 dan 1000) sebagai templat untuk mendapatkan nanopartikel alumina ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ).

## **1.2 Perumusan Masalah**

Permasalahan yang diteliti dalam Tugas Akhir ini adalah bagaimana metode logam-terlarut asam dapat digunakan untuk sintesis serbuk alumina ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ).

## **1.3 Tujuan Penelitian**

Tujuan penelitian ini adalah menganalisis dan mempelajari pembentukan alumina ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) dengan menggunakan metode logam-terlarut asam.

## **1.4 Batasan Masalah**

Untuk mendapatkan hasil akhir yang baik dan sesuai dengan yang diharapkan dari permasalahan maka batasan masalah dari penelitian ini adalah sebagai berikut :

1. Analisis dan karakterisasi fasa alumina ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) yang berhasil dibuat.
2. Variasi temperatur kalsinasi yang digunakan

### 3. Variasi penggunaan PEG pada penelitian

#### **1.5 Manfaat Penelitian**

Manfaat dari penelitian yang diharapkan adalah agar dapat mengetahui dan memberikan informasi mengenai sintesis dan karakterisasi nanopartikel alumina ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) dengan menggunakan metode logam-terlarut asam, yakni pencampuran basah (*wet mixing*). Sehingga dapat memberikan manfaat untuk perkembangan dalam pengaplikasian industri dan teknologi.

#### **1.6 Sistematika Penulisan**

Penulisan Tugas akhir ini terdiri dari abstrak yang berisi gambaran umum dari penelitian ini. Bab I pendahuluan yang memuat latar belakang, perumusan masalah, tujuan penelitian, manfaat penelitian, serta sistematika penulisan. Bab II tinjauan pustaka berisi tentang dasar- dasar teori yang digunakan sebagai acuan dari penelitian, Bab III metodologi penelitian, Bab IV hasil penelitian dan pembahasannya, dan Bab V kesimpulan dan saran.

“Halaman ini sengaja dikosongkan”

## **BAB II**

### **TINJAUAN PUSTAKA**

#### **2.1 Aluminium**

Aluminium merupakan logam yang memiliki beberapa kelebihan dari pada logam lainnya. Aluminium relatif lebih ringan dari pada baja, tembaga, maupun kuningan. Sebagai konduktor listrik dan panas yang baik. Aluminium ditemukan oleh Sir Humphrey Davy dalam tahun 1809 sebagai suatu unsur, dan pertama kali direduksi sebagai logam oleh H. C. Oersted tahun 1825. Aluminium ditemukan di alam berupa oksida yang sangat stabil. Aluminium mempunyai struktur kristal kubus pemusatan sisi (FCC) dengan jari-jari atom sebesar 0,1431 nm.

Aluminium merupakan logam yang secara fisik berwarna putih perak dan mempunyai sifat yang ulet. Fasa kimianya termasuk dalam grup boron. Mempunyai symbol Al dengan nomor atom 13. Fasa FCC ini tidak dapat larut dalam air dalam kondisi normal. Aluminium merupakan logam yang paling berlimpah di dalam lapisan bumi dan fasa terbanyak ketiga dalam lapisan bumi setelah oksigen dan silikon. Prosentase berat fasa ini pada permukaan bumi sekitar 8%. Di alam, secara kimia aluminium sangat reaktif apabila sebagai logam bebas.

Aluminium mempunyai kemampuan yang sangat bagus untuk tahan terhadap serangan korosi seiring dengan fenomena passivasinya dan kerapatan logamnya yang rendah (Genchem, 2008).

**Tabel 2.1** Karakteristik Aluminium (Othner, 1983)

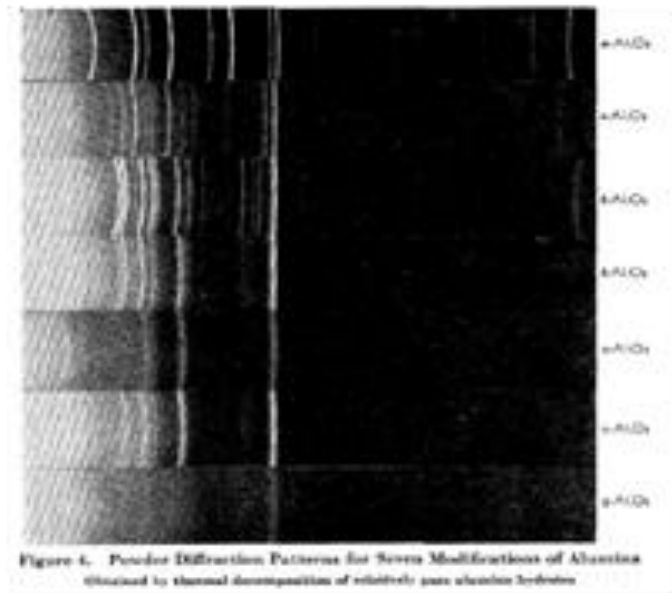
Sifat	Nilai dan Satuan
No. atom	13
Modulus elastisitas	2386, 67 N/mm <sup>2</sup>
Modulus elastisitas geser	795, 56 N/mm <sup>2</sup>
Poisson ratio	0, 33
Densitas	2, 7 g.cm <sup>-3</sup>
Vickers hardness	167 MPa
Brinell hardness	245 MPa
Melting Point	660 °C

## 2.2 Aluminium Oksida (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>)

Alumina Oksida memiliki peranan penting dalam ketahanan logam aluminium dalam korosi dengan udara sekitar. Hal ini disebabkan karena logam aluminium bereaksi dengan oksigen membentuk aluminium oksida yang akan membentuk lapisan tipis yang menutupi permukaan logam aluminium. Lapisan aluminium inilah yang melindungi logam dari oksidasi yang lebih lanjut.

Alumina memiliki ikatan antar atom yang bersifat ion kuat yang dapat menimbulkan karakteristik material yang diinginkan. Dibandingkan dengan keramik oksida, fase  $\alpha$ -alumina adalah keramik yang memiliki kekerasan yang tinggi, sifat dielektrik yang baik, keras dan memiliki ketahanan panas yang tinggi sehingga membuat keramik ini menjadi keramik pilihan yang digunakan dalam aplikasi yang luas (Lee, 1994). Alumina terdiri dari alumina murni dan tidak murni, Tujuh modifikasi kristal dari alumina mendekati anhidrat dari pemanasan hidrat, alumina murni dikategorikan sebagai  $\alpha$ ~,  $\gamma$ ~,  $\delta$ ~,  $\eta$ ~,  $\beta$ ~,  $\kappa$ ~, dan  $\chi$ -alumina. Untuk alumina tidak murni adalah  $\theta$ ~ dan  $\zeta$ -alumina.

Berbagai macam alumina diatas memiliki struktur  $\eta$ - alumina berbentuk kubik,  $\gamma$ -,  $\delta$ -, $\beta$ - alumina berbentuk spinel dan  $\kappa$ - alumina tidak kubik.



**Gambar 2.1** Transformasi fasa pada alumina murni

Dekomposisi termal dari berbagai hidrat alumina menghasilkan sejumlah variasi kristal alumina yang tahap proses transisinya akhirnya menghasilkan korundum. Urutan transformasi ini telah cukup dikenal di laboratorium ini untuk beberapa tahun, tetapi baru-baru ini penyelidikan baru dilakukan untuk memverifikasi ini dan untuk memastikan bahwa bentuk alumina yang dikenal telah berbeda (Stampf, 1950).

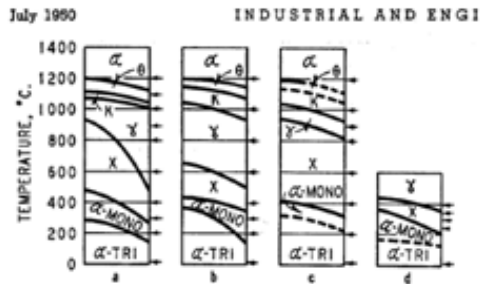


Figure 5. Transformations on Heating  $\alpha$ -Alumina Trihydrate

**Gambar 2.2** Transformasi fasa dalam pemanasan trihidrat  $\alpha$ -alumina

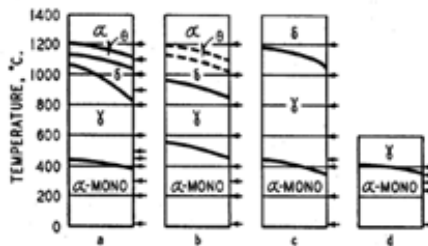
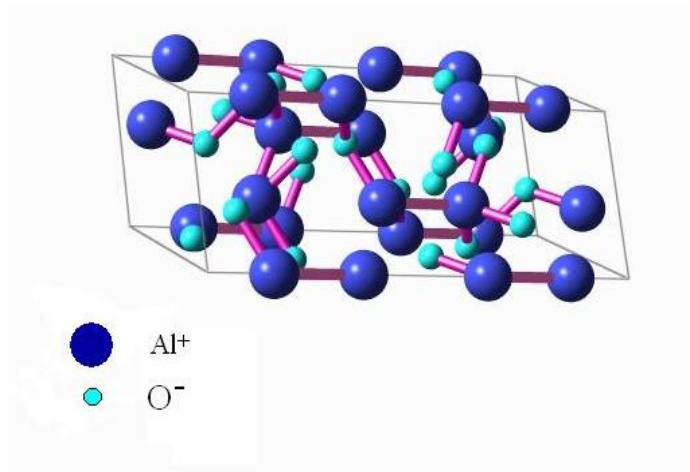


Figure 7. Transformations on Heating  $\alpha$ -Alumina Monohydrate

Steam-digested trihydrate heated (a) 1 hour in dry air, (b) 1 hour in steam, (c) gelatinous precipitate heated 1 hour in dry air, (d) in room air to constant weight

**Gambar 2.3** Transformasi fasa dalam pemanasan monohidrat  $\alpha$ -alumina



**Gambar 2.4** Struktur kristal  $\alpha$ - ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ )

Ket: Dibuat menggunakan perangkat lunak *crystallography maker*

### 2.3 Bahan Keramik

Bahan keramik mempunyai karakteristik yaitu merupakan senyawa logam dan bukan logam. Senyawa ini mempunyai ikatan ionic atau ikatan kovalen. Jadi sifat-sifatnya berbeda dengan logam. Ikatan ionik menyebabkan bahan keramik mempunyai titik cair yang tinggi dibanding dengan logam atau bahan organik. Biasanya lebih keras dan tahan terhadap perubahan-perubahan kimia. Pada suhu tinggi dengan energi termal yang lebih tinggi, keramik dapat menghantarkan listrik meski daya hantarnya lebih rendah dibandingkan logam (Van Vlack, 1984).

### 2.4 Nanomaterial

Nanomaterial memiliki sifat jauh lebih baik daripada material berukuran mikro, milimeter dan sentimeter, sehingga



pembuatan material teknik multi fungsi banyak dikembangkan dalam skala nanometer. Keunggulan nanomaterial dapat ditunjukkan pada sifat mekanik, optik, elektronik, magnetik maupun kereaktifan permukaan material saat ada pengaruh lingkungan dan sifat kimia. Pada nanomaterial, ketika suatu partikel berkurang ukurannya (biasanya antara 1-100 nm), maka akan meningkatkan luas permukaan per unit volume dan jumlah atom atau molekul di dalamnya semakin banyak. Selain itu, reaksi akan mudah terjadi baik secara fisis dan kimiawi karena interaksi antar atom atau molekulnya mudah terjadi, sehingga dapat dihasilkan material baru dengan sifat yang jauh berbeda dari material penyusunnya. Hal ini membuat nanomaterial bersifat lebih reaktif. (Abdullah, 2008). Karena itu, bagaimana mensintesis partikel nano seragam dengan mengatur ukurannya menjadi salah satu kunci masalah dalam ruang lingkup sintesis nanopartikel (Aiguo et al, 2008). Adapun beberapa penelitian sintesis alumina yang bertujuan mendapatkan ukuran nanomaterial diantaranya penelitian yang berjudul *Combined analysis of texture alumina ceramics by neutron diffraction* dengan hasil analisis dari proses penghalusan ukuran kristal sebesar 137 nm (Guilmeau, 2004), sintesis nanomaterial serbuk  $\gamma$ -alumina dengan metode presipitasi (Potdar et al., 2007)

## **2.5 Nanoteknologi**

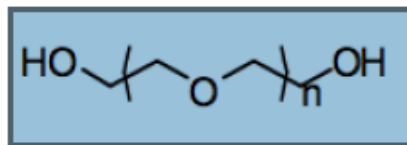
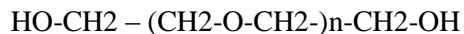
Nanoteknologi diciptakan dan digunakan dari bahan-bahan, material atau alat pada ukuran yang sangat kecil. Alat atau bahan, material ini berukuran sekitar 1 sampai 100 nanometer (nm). Ilmuan mengacu pada cakupan yang dimensional dari 1 sampai 100 nm sebagai skala nano, dan bahan-bahan atau material pada skala ini disebut kristal (nanokristal) atau nanomaterial. Skala nano adalah unik sebab zat padat tidak ditunjukkan dalam skala ukuran yang sangat kecil. Ini juga unik sebab pada ukuran 0, 1 sampai dengan 100 nm sangat banyak terjadi dari mekanisme dunia biologi dan dunia fisika. Pada bahan-bahan, material dimensi ini memperlihatkan sifat fisis yang berbeda, dengan

begitu ilmuwan mengharapkan bahwa banyak yang terimajinasi dari skala nano akan ditemukan penerapannya dan dapat digunakan untuk kepentingan terobosan teknologi (Sartono, 2006).

## 2.6 Poliethilen Glikol (PEG)

Poliethilen glikol) (PEG), juga dikenal sebagai poli (etilena oksida) (PEO), *polyoxyethylene* (POE) dan di bawah tradenama Carbowax adalah yang paling penting secara komersial jenis polieteter. PEG, PEO atau POE merujuk pada sebuah Oligomer atau polimer etilen oksida. Tiga nama yang identik secara kimiawi, tetapi secara historis PEG cenderung untuk merujuk pada oligomers dan polimer dengan massa molekul di bawah 20.000 g / mol, PEO untuk polimer dengan massa molekul di atas 20.000 g / mol, dan POE untuk polimer dengan beberapa molekul massa. PEG dan PEO adalah cairan atau padat mencair rendah, tergantung pada berat molekul. (Anggelia et al., 2011).

Salah satu zat yang dapat dipakai untuk membentuk dan sekaligus mengontrol ukuran dan struktur pori dari partikel adalah polietilen glikol (PEG). Dalam peran ini PEG dapat berfungsi sebagai *template*, yang membungkus partikel sehingga tidak terbentuk agregat lebih lanjut, dikarenakan PEG menempel pada permukaan partikel dan menutupi ion positif yang bersangkutan untuk bergabung dan membesar, sehingga pada akhirnya akan diperoleh partikel dengan bentuk bulatan yang seragam. Akan tetapi, agar dapat bekerja sesuai dengan fungsinya, diperlukan PEG dengan panjang molekul dan jumlah yang tepat (Ratna Balkis, 2009)



**Gambar 2.5** Struktur Polietilen Glikol (PEG)

Angka-angka yang sering termasuk dalam nama-nama PEG menunjukkan berat molekul rata-rata mereka, misalnya, seorang PEG dengan  $n = 9$  akan memiliki berat molekul rata-rata sekitar 400 *daltons* dan akan diberi label PEG 400. Polietilen glikol (PEG) termasuk kedalam golongan polimer sintesis. PEG mempunyai kelarutan yang baik dalam air dan kesamaan secara struktur kimia karena adanya gugus hidroksil primer pada ujung rantai polieter yang mengandung oksietilen ( $-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{O}-$ ). PEG mempunyai sifat stabil, mudah larut dalam air hangat, tidak beracun, non-korosif, tidak berbau, tidak berwarna, memiliki titik lebur yang sangat tinggi ( $580^\circ\text{F}$ ), tersebar merata, higroskopik (mudah menguap) dan juga dapat mengikat pigmen. Pemberian PEG berupa putih seperti lilin yang menyerupai paraffin. Berupa bentuk padat dalam pada suhu kamar, mencair pada suhu  $104^\circ\text{F}$ , memiliki berat molekul rata-rata 1000.

Semakin besar nilai BM PEG maka akan semakin padat PEG tersebut dan sebaliknya. PEG berdasarkan berat molekulnya dibagi menjadi: PEG 200, 400, 600, 1000, 1500, 1540, 3350, 4000, 6000, 8000 dan di atas 100.00 sampai dengan 300.000. PEG dengan BM di bawah 1000 berupa cairan jernih tidak berwarna, PEG dengan BM 1000 -1500 berupa semi padat. PEG 3000 - 20.000 berupa padatan semi kristalin, di atas 100.000 berupa resin pada suhu kamar. PEG semakin meningkat kekerasannya dengan bertambah besarnya BM. Umumnya PEG dengan bobot molekul 1500-20000 yang digunakan untuk pembuatan dispersi padat. Sedangkan untuk PEG di bawah 1500 digunakan dalam disperse cair. (Leuner et al., 2000)

## 2.7 Difraksi Sinar-X (XRD)

Sinar-x pertama kali ditemukan oleh seorang Fisikawan Jerman yang bernama Wilhelm Conrad Röntgen pada tahun 1895, dan dinamakan sinar-x karena jenisnya belum diketahui pada saat itu. Sinar-x adalah gelombang elektromagnetik frekuensi tinggi yang dihasilkan dari tumbukan antara elektron yang bergerak cepat dan atom diam, yang memiliki panjang

gelombang yang lebih pendek dari pada sinar UV yaitu antara 0,5-2,5 Å. Sebuah kristal yang terdiri dari deretan atom yang teratur letaknya, masing-masing atom pada Kristal dapat menghamburkan gelombang elektromagnetik yang datang padanya. Peristiwa hamburan oleh sinar-x oleh atom-atom pada kristal disebut difraksi sinar-x. Sinar-x umumnya digunakan untuk diagnosa radiografi dan kristalografi (Cullity, 1978)

Pola difraksi yang diperoleh memuat beberapa informasi diantaranya:

- a. Keadaan relatif dan prosen fasa kristalin dalam sampel
- b. Ukuran dan bentuk unit sel kristalin dari berbagai fasa. Simetri dalam susunan atomik dalam berbagai fasa (space group).
- c. Penempatan atom terutama dalam unit sel (termasuk substitusi parsial dalam larutan padat).
- d. Ketidaktersempurnaan kristal seperti ukuran partikel dan cacat kisi.

Posisi puncak memberikan informasi parameter kisi, struktur kristal, fasa kristal dan regangan tak seragam dari material. Posisi puncak menunjukkan kesalahan  $2\theta$ . Tinggi puncak memberikan informasi komposisi, identifikasi, hamburan tak koheren, fasa inti, *extinction*, dan *preferred orientation*. Lebar dan bentuk puncak memberikan informasi ukuran kristal dan distribusi ukuran dari material. Selain itu juga didapatkan informasi duplet radiasi dan kedataran dari instrument (Pratapa, 2004)

Difraksi sinar-X merupakan suatu metode yang digunakan untuk mengkarakterisasi material. Sinar-x merupakan radiasi gelombang elektromagnetik transversal dengan panjang gelombang 0,1-1000 Å yang terdiri dari partikel tak bermuatan. Pada saat berkas sinar-x diradiasikan pada sebuah material yang tersusun dari atom-atom, ion-ion, atau molekul-molekul secara

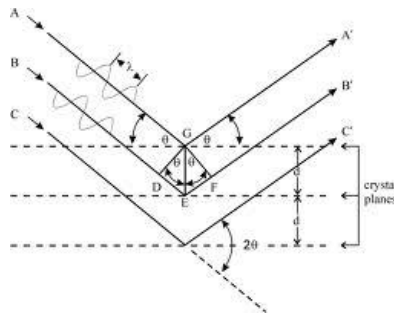
teratur, periodik, dan berjangkauan panjang dalam tiga dimensi maka berkas hamburan pada arah-arrah tertentu bisa dijumlahkan dan bisa saling menguatkan sehingga menghasilkan berkas difraksi. Difraksi dapat terjadi apabila memenuhi Hukum Bragg,

seperti ditunjukkan dalam persamaan berikut.

$$n \lambda = 2 d \sin \theta \quad 2.1$$

dengan  $n$  adalah orde (0,1, 2, 3,...),  $\lambda$  adalah panjang gelombang sinar-X,  $d$  adalah jarak antar bidang atom-atom dan  $\theta$  adalah sudut antara sinar yang terjadi dengan penampang lapisan dan lebih dikenal sebagai sudut Bragg. Ketika panjang garis edar kristal ( $2d \sin \theta$ ) merupakan multi panjang gelombang, interferensi yang menguatkan terjadi dan intensitas difraksi dapat ditentukan. Intensitas difraksi berhubungan dengan puncak yang akan menentukan tipe dan pengaturan atom-atom pada setiap lapisan (Settle, 2008).

Dengan mengukur besarnya intensitas puncak difraksi dari pola difraksi sinar-x, dapat diketahui struktur suatu material. Perubahan puncak atau posisi dapat digunakan untuk menentukan ukuran kristal, kemurnian, susunan kristal, jenis atom dalam kristal, jenis cacat, orientasi, dan ukuran butir. Dalam pengukuran difraksi sinar-x sampel yang didifraksi diletakkan pada piringan



**Gambar 2.6** Difraksi Sinar-X pada Kristal

yang bergerak memutar. Ketika berkas sinar-x menumbuk sampel, detektor akan menangkap pantulan berkas tersebut dan menampilkannya sebagai pulsa listrik. Detektor hanya akan menerima radiasi dari specimen yang terkena berkas primer. Intensitas pada setiap sudut akan dicatat secara otomatis dan ditampilkan sebagai pulsa listrik. Besarnya intensitas sinar-x yang didifraksi tergantung pada bidang-bidang kristal (hkl). Bidang-bidang kristal yang memiliki orientasi yang sama akan memiliki puncak difraksi dengan intensitas yang tinggi. Pola difraksi suatu bahan membentuk *fingerprint* yang digunakan untuk mengidentifikasi suatu bahan (Cullity, 2001).

Keluaran hasil pengukuran difraksi sinar-x berupa sudut  $2\theta$  dan intensitas relative ( $I/I_1$ ). Intensitas puncak-puncak difraksi tergantung pada jenis atom dan distribusi unit sel. Intensitas difraksi dipengaruhi oleh faktor-faktor diantaranya adalah faktor polarisasi, faktor Lorentz, faktor suhu, faktor hamburan atomik, faktor struktur, faktor pelipatan, dan faktor serapan (Pratapa, 2007).

Ada tiga macam karakter puncak difraksi yang menggambarkan kondisi pengukuran dan sifat-sifat kristal. Ketiga karakteristik tersebut adalah posisi, tinggi, serta lebar dan bentuk puncak difraksi. Informasi yang dapat diambil dari ketiga karakter tersebut adalah:

a. Informasi dari material

- Posisi puncak  
Posisi puncak difraksi sinar-x menginformasikan fasa kristal, struktur kristal, parameter kisi serta regangan seragam (*uniform strain*).
- Tinggi puncak  
Tinggi puncak pola difraksi sinar-x menginformasikan identifikasi, komposisi, hamburan tak koheren, fasa anti (*antiphase*), *extinction* dan *preffered orientation*.

- Lebar dan bentuk puncak  
Lebar dan bentuk puncak difraksi sinar-x menginformasikan ukuran kristal, distribusi ukuran kristal, regangan tak seragam, dislokasi, dan cacat kristal.
- b. Informasi dari alat
  - Posisi puncak  
Posisi puncak menginformasikan kesalahan  $2\theta^\circ$  dan ketidaktepatan penempatan sampel.
  - Lebar dan bentuk puncak  
Lebar dan bentuk puncak menginformasikan duplet radiasi (misal  $K\alpha_1$  dan  $K\alpha_2$ ), divergensi aksial dan kedataran permukaan sampel.

## 2.8 Analisis Fasa

Karakterisasi komponen fasa yang terbentuk dari hasil difraksi sinar-x dapat dianalisis lebih lanjut. Ada 2 cara analisis data difraksi, yaitu analisis kualitatif dan kuantitatif.

### 2.8.1 Analisis Kualitatif

Pola difraksi yang diperoleh dari difraktometer sinar-x menggambarkan kristalinitas material yang diuji. Dari pola difraksi tersebut dapat diperkirakan ada tidaknya fasa kristal dan atau fasa amorf. Sedangkan untuk menentukan fasa apa saja yang terdapat pada material disebut identifikasi fasa. Proses identifikasi fasa didasarkan pada pencocokan data posisi-posisi puncak difraksi difraksi terukur dengan basis data (*database*), misalnya dalam bentuk kartu PDF (*Power Diffraction File*). Langkah-langkah dalam mengidentifikasi fasa dengan menggunakan perangkat lunak, terdiri dari: peak search yaitu menemukan posisi-posisi puncak yang dinyatakan dalam sudut  $2\theta$  dan intensitas. Dalam peak search bisa dilakukan reduksi untuk menghilangkan puncak-puncak yang seharusnya tidak menunjukkan puncak atau menambah puncak jika pada posisi tersebut seharusnya ada puncak. Selanjutnya dilakukan *search*

*match* (pencocokan terhadap basis data). *Search match* dapat dilakukan dengan cara manual maupun cara berbasis komputer (Pratapa, 2004).

### **2.8.2 Analisis Kuantitatif**

Analisis kuantitatif bertujuan untuk mengetahui komposisi dari material yang diuji. Analisis ini dapat dilakukan secara fisika dan kimia. Analisis menggunakan difraksi sinar-x merupakan teknik yang lebih baik dalam menganalisis campuran kristalin, karena memungkinkan dilakukan identifikasi berbagai komponen pola difraksi yang bersuperposisi. Hal ini disebabkan pada tiap komponen dari campuran menghasilkan pola karakteristik yang tidak saling bergantung satu dengan yang lain. Di samping itu intensitas tiap pola berbanding lurus dengan jumlah yang ada, sehingga analisis kuantitatif untuk berbagai komponen dapat dikembangkan. Analisis secara kimia dapat memberikan informasi tentang komposisi material tetapi mempunyai tingkat kesulitan yang tinggi dalam membedakan identitas kimiawi dari berbagai fasa dalam sebuah campuran material. Jadi perhitungan yang ada pada analisis fasa material, campuran fasa alloy dari unsur yang sama dengan komposisi berbeda dan jumlah relatif dari polimorf dalam campuran dapat dikerjakan dengan difraksi sinar-x, tetapi sulit bahkan tidak bisa dilakukan dengan metode kimia (Cullity, 1997).

### **2.9 Analisis Menggunakan Metode Rietveld**

Metode Rietveld pertama kali disusun oleh H.M. *Rietveld* dan digunakan untuk mempelajari struktur kristal dari campuran uranium oksida (*Rietveld*, 1969). Metode *Rietveld* dapat juga digunakan untuk mengamati dan menganalisis data dari pola difraksi polikristalin, terutama ketika terjadi overlap pada pola difraksi. Metode yang digunakan dalam analisis ini adalah metode kuadrat terkecil (*least-squares method*) yaitu mencocokkan/menghaluskan pola difraksi terhitung (model) dengan pola difraksi terukur. Pada proses penghalusan, perubahan-perubahan



parameter bertujuan untuk meminimalkan nilai dari selisih kuadrat intensitas. Secara matematis nilai selisih kuadrat dicapai menggunakan algoritma Newton-Raphson (Hunter, 1998). Apabila telah dicapai keadaan dengan harga simpangan terkecil, berarti telah dicapai kesesuaian antara data difraksi pengamatan dan perhitungan. Pendekatan (penghalusan) antara kurva teoritis dan kurva eksperimen dapat diamati dengan:

$$S = \sum_i w_i (Y_{i0} - Y_{ic})^2 \quad 2.2$$

Dengan  $I$  menyatakan indeks sebuah titik yang sedang dihitung,  $W_i$  adalah faktor pembobot pada setiap pengamatan,  $Y_{i0}$  adalah intensitas yang diamati pada langkah ke- $I$ , dan  $Y_{ic}$  adalah intensitas yang dihitung pada langkah ke- $i$ .

Tahapan analisis *Rietveld* dilakukan melalui beberapa langkah yang saling berkesinambungan. Pertama, pengumpulan data difraksi sampel. Kedua, pengidentifikasian fas dalam sampel dari data difraksi eksperimen berdasarkan referensi (data ICsD/PDF) yang sesuai dengan data kimia sampel. Ketiga, penyusunan model (pola terhitung). Keempat, penghalusan parameter-parameter hingga diperoleh selisih kuadrat terkecil antara pola difraksi eksperimen dengan pola terhitung.

Indeks keberhasilan atau nilai  $R$  banyak digunakan dalam kristalografi untuk menilai keberhasilan penghalusan dengan metode *Rietved*. Hasil *refinement* dapat diterima bila telah memenuhi nilai-nilai dari indeks reabilitas ( $R$ ) yang terdiri dari *Figures of Merits* (FoM) yaitu *R-profile* ( $R_p$ ), *R-weighted profile* ( $R_{wp}$ ), *R-expected* ( $R_{exp}$ ), *Goodness of Fit* (GoF). Parameter-parameter tersebut adalah tolak ukur kesesuaian antara pola difraksi yang dibuat dengan hasil eksperimen. Nilai FoM akan berubah selama penghalusan, semakin kecil harga indeks yang diperoleh maka semakin tinggi tingkat kesesuaian antara model penghitungan dan pengamatan.

Untuk menghitung komposisi masing-masing fasa dari material maka parameter-parameter keluaran hasil penghalusan dengan metode *Rietveld* dimanfaatkan. Metode 'ZMV' relative (Hill dan Howard, 1987) merupakan salah satu metode yang sering digunakan untuk analisis komposisi fasa, dengan persamaan:

$$W_i = \frac{S_1(ZMV)_i}{\sum_{k=1}^n S_k(ZMV)_k} \quad 2.3$$

dengan  $W_i$  fraksi berat relatif fasa  $I$  (%),  $s$  faktor skala *Rietveld*,  $Z$  adalah rumus kimia dalam sel satuan,  $M$  adalah berat fasa dan  $V$  adalah volum sel satuan.

“Halaman ini sengaja dikosongkan”

## **BAB III**

### **METODOLOGI**

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

##### **3.1.1 Alat**

Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini adalah peralatan sintesis dan karakterisasi. Peralatan sintesis meliputi gelas beker, gelas ukur, mortar porselin, neraca analitik untuk menimbang bahan, tungku pemanas, pengaduk, pengaduk magnetic, krusibel, termometer. Sedangkan peralatan yang digunakan untuk karakterisasi adalah DSC - TGA dan difraktometer sinar-x (XRD).

##### **3.1.2 Bahan**

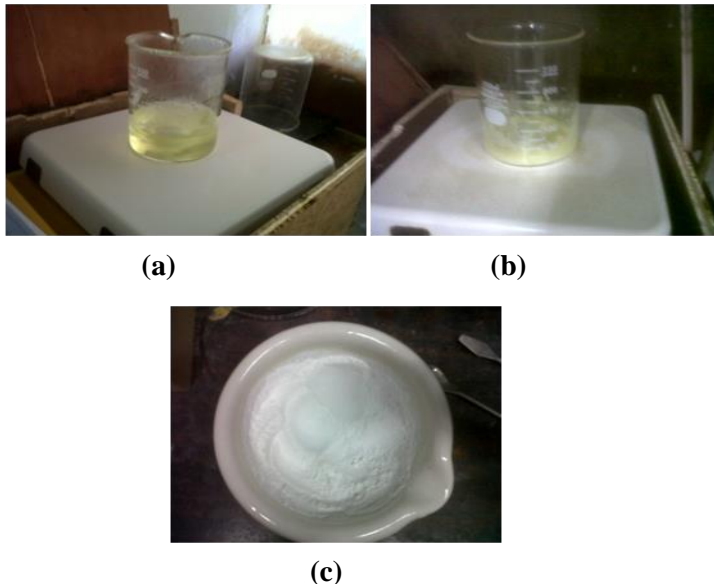
Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah serbuk aluminium (*Al Merck*), larutan HCl 37% (*Merck*), polietilen glikol (PEG) sebagai templat dengan variasi (PEG400 dan PEG1000 ).

#### **3.2 Prosedur Penelitian**

##### **3.2.1 Sintesis Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> tanpa penambahan PEG**

Pelarutan serbuk Al dilakukan dengan menambahkan HCl 37%. Pengadukan dilakukan menggunakan pengaduk magnetik selama 180 menit untuk larutan Al, dengan kecepatan pengadukan 400 ppm. Setelah larutan tercampur dengan sempurna dan tidak ada endapan pada larutan, maka larutan dikeringkan pada temperatur 100 °C (temperatur dijaga). Perubahan warna terjadi pada larutan Al, awalnya serbuk Al yang dicampurkan dengan HCl berwarna abu - abu keperakan pekat, setelah mengalami pencampuran sempurna larutan yang awalnya berwarna keabu - abuan berubah menjadi warna kuning jernih.

Hal ini menandakan apabila larutan tercampur sempurna. Setelah proses pemanasan kurang lebih 180 - 240 menit larutan yang berwarna kuning jernih tersebut berubah menjadi warna keputihan dan mengendap sedikit demi sedikit sampai membentuk endapan sempurna dan sebagian ada yang menjadi serbuk. Kemudian dilakukan penggerusan pada endapan dan serbuk yang terbentuk menggunakan mortar selama 15 menit agar menghasilkan serbuk yang halus. Karakterisasi hasil sintesis menggunakan pengujian DSC - TGA. Prekursor dikalsinasi pada rentang temperatur 100°C, 300°C, 900°C, 1000°C, 1050°C dan 1100°C.



**Gambar 3.1** Proses sintesis sampai menjadi prekursor serbuk  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , (a) larutan tercampur sempurna, (b) prekursor setelah dikeringkan dan (c) penggerusan prekursor dengan mortar.

### **3.2.2 Sintesis $\text{Al}_2\text{O}_3$ dengan penambahan PEG400 dan PEG1000**

Pelarutan serbuk Al dilakukan dengan menambahkan HCl 37% dan variasi penambahan PEG400 dan PEG1000 dengan komposisi masing-masing 1:2 dari bahan terlarut Al. Pengadukan dilakukan menggunakan pengaduk magnetik selama 240 menit

untuk larutan Al dengan penambahan PEG. Waktu pengadukan yang dibutuhkan lebih lama dari pada sintesis tanpa penambahan PEG. Laju pengadukan adalah 400 putaran per menit (ppm). Setelah larutan tercampur dengan sempurna dan tidak ada endapan pada larutan, kemudian larutan dikeringkan pada temperatur 100°C (temperatur dijaga). Perubahan warna terjadi pada larutan Al, awalnya serbuk Al yang dicampurkan dengan HCl berwarna abu - abu keperakan pekat, setelah mengalami pencampuran sempurna larutan yang awalnya berwarna keabu - abuan berubah menjadi warna kuning jernih. Hal ini menandakan apabila larutan tercampur sempurna. Setelah proses pemanasan pada temperatur 100°C kurang lebih 180 - 240 menit larutan yang berwarna kuning jernih tersebut berubah menjadi warna keputihan dan mengendap sedikit demi sedikit sampai membentuk endapan sempurna dan sebagian ada yang menjadi serbuk. Kemudian dilakukan penggerusan pada endapan dan serbuk yang terbentuk menggunakan mortar selama 15 menit agar menghasilkan serbuk yang halus. Karakterisasi hasil sintesis menggunakan pengujian DSC-TGA. Berdasarkan hasil uji ini prekursor dikalsinasi pada rentang temperatur 100C, 300C, 900°C, 1000°C, 1050°C dan 1100°C.

### **3.3 Analisis Termal (DSC - TGA)**

Analisis termal dilakukan pada sampel hasil sintesis tanpa penambahan PEG dan penambahan PEG1000 pada serbuk prekursor yang belum dikalsinasi. Karena dengan hasil pengujian DSC - TGA dapat diketahui temperatur yang akan digunakan untuk kalsinasi. Dari hasil pengujian termal, dibuat sampel dengan pemanasan pada temperatur yang telah dipilih berdasarkan hasil analisis termal 100C, 300C, 900°C, 1000°C, 1050°C dan 1100°C. Serbuk prekursor yang digunakan adalah sampel Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> tanpa penambahan PEG, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> PEG400 dan Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> PEG1000. Analisis termogravimeter (TGA) merupakan teknik untuk mengukur perubahan berat dari suatu senyawa sebagai

fungsi dari temperatur atau pun waktu. Hasilnya berupa rekaman diagram yang kontinu mengenai reaksi dekomposisi satu tahap yang skematik. Analisa termal diferensial (DTA) merupakan teknik untuk merekam perbedaan temperatur sampel terhadap material referen inert selama perubahan temperatur terprogram. Temperatur sampel dan referen saat terjadi beberapa peristiwa termal pada sampel, seperti pelelehan, dekomposisi atau perubahan struktur kristal akan akan berbeda ditandai dengan adanya reaksi eksoterm atau endoterm.

### 3.4 Analisis pada $\text{Al}_2\text{O}_3$

Pada penelitian ini didapatkan sampel-sampel hasil kalsinasi, pada temperatur sesuai hasil uji DTA – TGA. Untuk informasi lebih lanjut dari bahan yang diuji, maka hasil sintesis dari aluminium dengan metode logam-terlarut asam dilakukan uji XRD untuk mengetahui kandungan fasa dari sampel yang dihasilkan . XRD yang digunakan adalah Difraktometer Sinar - X tipe Philips X'Pert MPD. Pengukuran dilakukan mulai dari sudut  $2\theta$  sebesar  $15\text{-}65^\circ\text{C}$  dan panjang gelombang yang dipakai adalah  $\text{Cu-K}\alpha$   $1,54 \text{ \AA}$  . Dari hasil XRD yang didapatkan kemudian dilakukan analisis kualitatif dan kuantitatif. Analisis kualitatif adalah identifikasi fasa dengan menggunakan search Match. Sedangkan analisis kuantitatif meliputi analisis komposisi fasa dan estimasi ukuran kristal dengan menggunakan perangkat lunak *Rietica* dan MAUD. Karakterisasi komposisi fasa yang telah terbentuk dari hasil sinar-X dapat dianalisis lebih lanjut dengan menggunakan analisis kualitatif yang digunakan untuk menentukan fasa apa saja yang terdapat dalam suatu material, biasanya disebut identifikasi fasa. Juga dengan menggunakan analisis kuantitatif untuk mengetahui informasi lebih lanjut dari bahan yang diuji.





**Gambar 3.2** Seperangkat peralatan XRD Philips X'Pert MPD (*Multi Purpose Diffractometer*) system

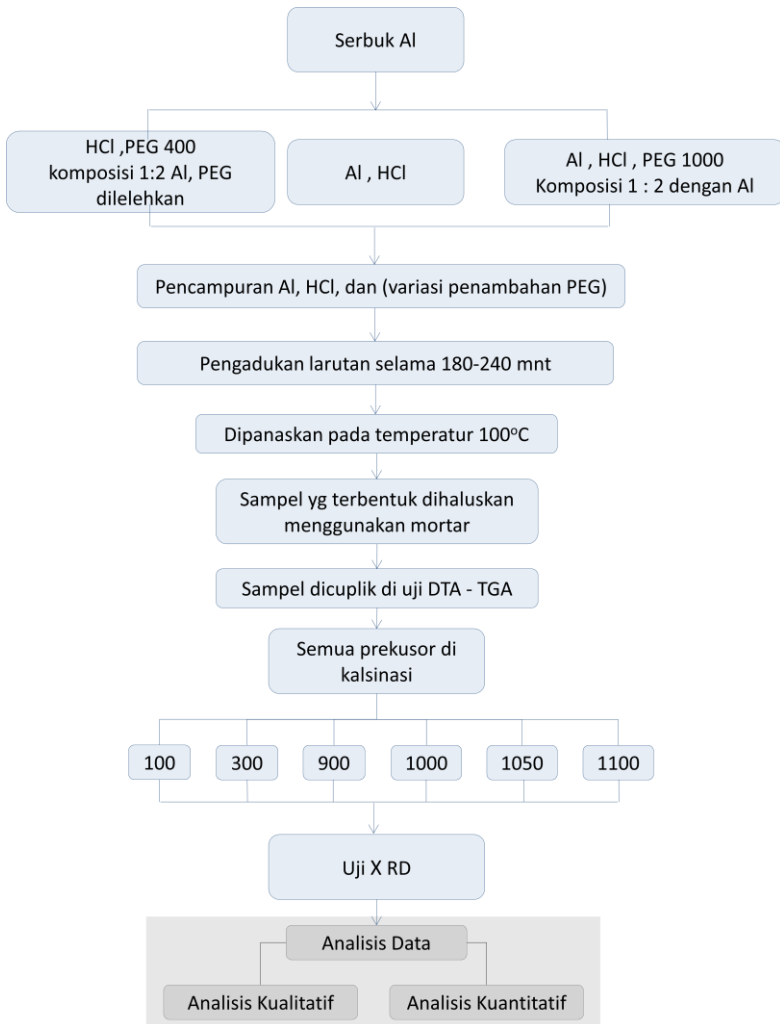
**Tabel 3.1** Nomenklatur sampel bubuk hasil kalsinasi dalam penelitian ini

PEG	100	300	900	1000	1050	1100
Tanpa PEG	LA1	LA2	LA3	LA4	LA5	LA6
400	LB1	LB2	LB3	LB4	LB5	LB6
1000	LC1	LC2	LC3	LC4	LC5	LC6

Keterangan:

- L = aluminium dioksida
- A = tanpa penambahan PEG
- B = PEG400
- C = PEG1000
- 1 = Temperatur 100 °C
- 2 = Temperatur 300 °C
- 3 = Temperatur 900 °C
- 4 = Temperatur 1000 °C
- 5 = Temperatur 1050 °C
- 6 = Temperatur 1100 °C
- Contoh cara baca numenklatur: LB4 = serbuk alumina dengan penambahan PEG400 padatemperatur 1000 °C

### 3.5 Skema Alur Percobaan



**Gambar 3.3** Skema Kerja Percobaan



## BAB IV

### HASIL DAN PEMBAHASAN

#### 4.1 Hasil Sintesis

Prosedur sintesis yang dilakukan pada Bab III menghasilkan sampel-sampel berwujud fisik seperti pada Gambar-gambar 4.1, 4.2, 4.3, dan 4.4.



**Gambar 4.1** Hasil pencampuran larutan prekursor Al dalam HCl (tanpa penambahan PEG).



**Gambar 4.2** Hasil pencampuran larutan prekursor Al dan HCl yang telah dikeringkan pada temperatur  $100^{\circ}\text{C}$

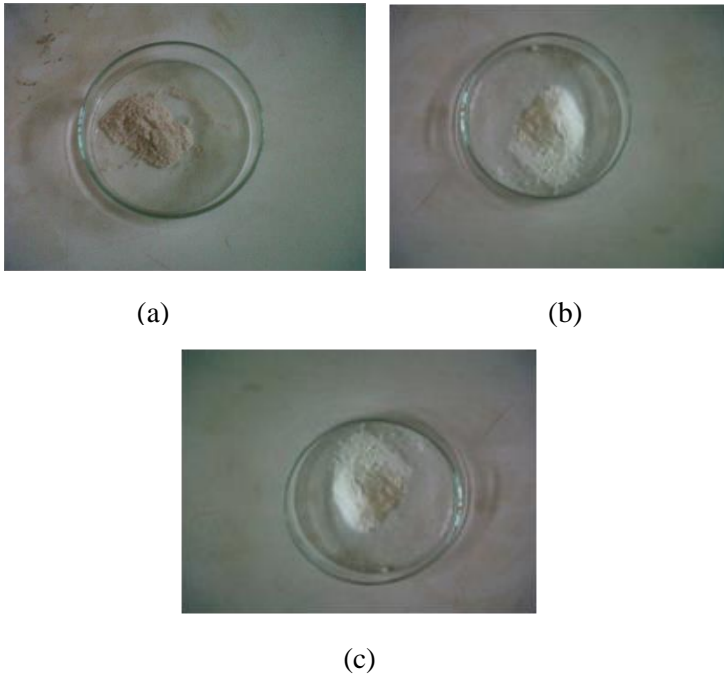


(a)



(b)

**Gambar 4.3** Hasil pengeringan material seperti Gambar 4.2 yang telah ditumbuk dengan mortar (a) serbuk LA6 dan (b) serbuk LB6



**Gambar 4.4** Serbuk yang telah dikalsinasi pada temperatur 300 °C, 1100°C dan 900°C dengan waktu tahan 1 jam (a) serbuk LA2, (b) serbuk LB6 dan (c) serbuk LC3

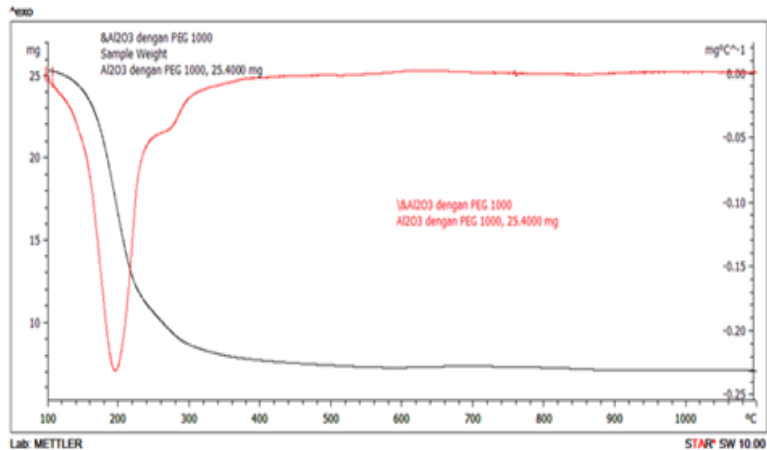
Gambar 4.1 memperlihatkan hasil pencampuran dari logam terlarut tanpa penambahan PEG. Terlihat bahwa hasil larutan berwarna kekuning-kuningan jernih, begitu juga untuk hasil pencampuran dengan penambahan PEG400 dan 1000 (gambar tidak disajikan) dan setelah dikeringkan pada temperatur 100°C



tampak seperti pada Gambar 4.2. Setelah digerus dengan mortar, sampel terlihat berwarna putih, baik penambahan PEG maupun tanpa penambahan PEG ditunjukkan berturut-turut pada Gambar 4.3(a) dan (b). Gambar 4.4(a), (b) dan (c) menunjukkan ketiga serbuk setelah dikalsinasi pada temperatur 300°C, 900°C dan 1100 °C dengan waktu tahan 60 menit dan serbuk (a) tersebut berwarna kecoklatan dan untuk serbuk (b) dan (c) berwarna putih. Hasil pengamatan visual tidak dapat dijadikan pedoman untuk menentukan fasa yang terbentuk dari proses di atas. Sehingga langkah selanjutnya untuk mengatasi masalah tersebut adalah melakukan uji XRD pada semua sampel hasil sintesis dan dilanjutkan dengan identifikasi fasa. Hasil uji tersebut akan dilaporkan pada Subbab 4.3 setelah laporan mengenai hasil uji dan analisis termal pada Subbab 4.2

## **4.2 Analisis Termal**

Dari sintesis yang dilakukan dengan dan tanpa penambahan PEG, didapatkan sampel-sampel serbuk yang kemudian salah satunya diuji menggunakan DTA-TGA, yaitu sampel serbuk dengan penambahan PEG1000 seperti yang ditunjukkan Gambar 4.5, guna mengetahui fenomena termal yang diharapkan dapat digunakan sebagai panduan menentukan temperatur kalsinasi.



**Gambar 4.5** Hasil uji DSC – TGA  $\text{Al}_2\text{O}_3$  dengan penambahan PEG1000 temperatur  $100^\circ\text{C}$  kode LC1

Gambar 4.1 grafik berwarna merah menunjukkan kurva DSC yang memberikan informasi tentang aliran panas (*heat flow*) yang terjadi pada serbuk serta kaitannya dengan reaksi eksoterm dan endoterm. Sedangkan kurva berwarna hitam merupakan kurva TGA yang memberikan informasi tentang pengurangan massa (*weight loss*) dari sampel yang dipanaskan dengan kecepatan  $10^\circ\text{C}$  per menit dari temperatur ruang sampai temperatur  $1000^\circ\text{C}$ . Massa awal serbuk sebesar 25,4000 mg. Kurva TGA dan turunan kurva ditunjukkan pada Gambar 4.2 untuk melihat *weight loss* selama pemanasan.

**Tabel 4.1** Perubahan massa yang teramati dari hasil analisis termal menggunakan termogravimeter

T-onset (°C)	T- peak (°C)	T endset (°C)	$\Delta m$ (mg)
150,32	188,27	225,17	14,2561
261,96	273,59	283,07	0,8574

Tabel 4.1 menampilkan hasil analisis termal menurut TGA yang menunjukkan temperatur *Onset*, *Peak* dan *Endset*, serta pengurangan massa yang terjadi pada sampel tersebut, yang mana temperatur *Onset* merupakan peristiwa terjadinya reaksi penguraian pada temperatur tertentu. Sedangkan temperature *Endset* merupakan peristiwa berakhirnya reaksi penguraian dan *peak* adalah puncak terjadinya reaksi tertentu. Pada pengurangan massa yang signifikan, diindikasikan terjadi suatu reaksi penguraian pada sampel kode LC1. Untuk mengetahui reaksi penguraian yang terjadi pada sampel ketika diberi perlakuan panas pada rentang temperatur tertentu, maka dipilih berbagai temperatur untuk dikaji lebih lanjut dengan menggunakan pengujian lain seperti difraksi sinar X.

Pada penurunan massa pertama, reaksi penguraian berakhir pada temperatur *Endset* 225,17°C. Sedangkan pada penurunan massa kedua, temperatur *Endset*nya 283,07°C. Berdasarkan pada kedua temperatur *Endset* tersebut, dipilih beberapa temperatur

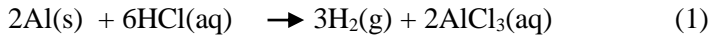
untuk dikaji lebih. Pada temperatur di atas 283,07 °C tidak terjadi perubahan massa yang signifikan, namun demikian grafik DSC menunjukkan adanya beberapa fenomena termal yang terjadi. Dari hasil penelitian penelitian sebelumnya dengan menggunakan metode sol-gel, pembentukan korundum ( $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ ) dapat terjadi pada rentang temperatur antara 800-1200°C (Li, 2005). Maka dipilih juga beberapa temperatur untuk mengkaji peristiwa termal yang terjadi berdasarkan pengujian DSC dan dari referensi, sehingga temperatur kalsinasi yang digunakan adalah 100°, 300°, 900°, 1000°, 1050° dan 1100°C.

### **4.3 Karakterisasi Fasa**

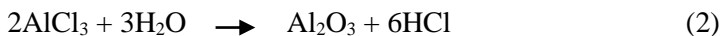
#### **4.3.1 Analisis Kualitatif**

Gambar 4.6 sampai 4.8 berturut turut menunjukkan pola-pola XRD untuk sampel dengan dan tanpa penambahan PEG yaitu 6 sampel tanpa penambahan PEG, 6 sampel penambahan PEG400 dan 6 sampel penambahan PEG1000 dengan variasi temperatur kalsinasi yang berbeda dan waktu tahan 1 jam. Pada gambar terlihat bahwa fasa-fasa yang terbentuk adalah korundum (nomer kode basis-data 00-074-1081), kappa alumina (nomer kode basis-data 00-088-0107) dan fasa kloroaluminit ( $\text{AlCl}_3\text{H}_{12}\text{O}_6$ ) nomer kode basis-data 96-901-1085). Fasa kloroaluminit terbentuk setelah pengeringan larutan prekursor pada temperatur 100°C dengan unsur-unsur penyusun Al, Cl, H, dan O. PEG tersusun atas unsur-unsur C-O-H, sedangkan pelarut yang digunakan adalah HCl dan keduanya diyakini secara bersama menyusun fasa kristal kloroaluminit tersebut pada saat temperatur pengeringan. PEG memiliki Tg 32-42°C, merupakan bahan polimer campuran kristal dan amorf. Sementara itu, pada sampel-sampel yang dikalsinasi pada temperatur yang lain tidak ada fasa yang mengandung unsur penyusun PEG yang teridentifikasi. Pada temperatur pengeringan atau temperatur 100

°C terjadi reaksi penguraian antara logam terlarut dan pelarut yang menyebabkan terbentuknya kristal hidrat yang tergolong kelompok aluminium hidroksida. Pada pencocokan dengan identifikasi kualitatif diketahui fasa yang terbentuk adalah  $\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ , mengikuti persamaan reaksi (Mertsalo et al., 2003):



$\text{AlCl}_3\text{(aq)}$  adalah kloroalunit yang mengandung gugus air atau  $\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ . Setelah dikeringkan dan dikalsinasi pada temperatur yang ditentukan sesuai dengan uji DTA - TGA, pada hasil uji termal tersebut diketahui pada temperatur  $283^\circ\text{C}$ , sudah tidak ada penurunan massa, yang berarti reaksi penguraian berakhir. Data DTA-TGA menunjukkan peristiwa termal pada temperatur puncak sekitar  $188^\circ\text{C}$  yang diasosiasikan dengan lepasnya gugus air dan klor pada fasa kloroalunit tersebut. Kalsinasi atau kenaikan suhu secara perlahan membuat gugus air dan klor yang terbentuk pada saat pengeringan lepas perlahan-lahan, sehingga hasil uji dengan XRD menunjukkan bahwa pada temperatur  $300^\circ\text{C}$  berbentuk amorf, akibat terjadinya dehidrasi material (Stampf, 1950) sehingga terbentuk alumina amorf. Namun dari Gambar 4.6 sampai 4.8 secara umum, keamorfan ini akan berkurang seiring dengan pertambahan temperatur kalsinasi yang digunakan. Penambahan temperatur dapat meningkatkan pembentukan kristal secara sempurna. Hal ini ditunjukkan pada Gambar 4.6 sampai 4.8 pembentukan fasa secara perlahan dari amorf sedikit demi sedikit terjadi pertumbuhan butir kristal seiring kenaikan temperatur kalsinasi. Sehingga dapat terbentuk kristal korundum pada temperatur yang sesuai yaitu temperatur  $1100^\circ\text{C}$ . Hal ini sesuai dengan persamaan dibawah ini (Catoire et al., 2002):

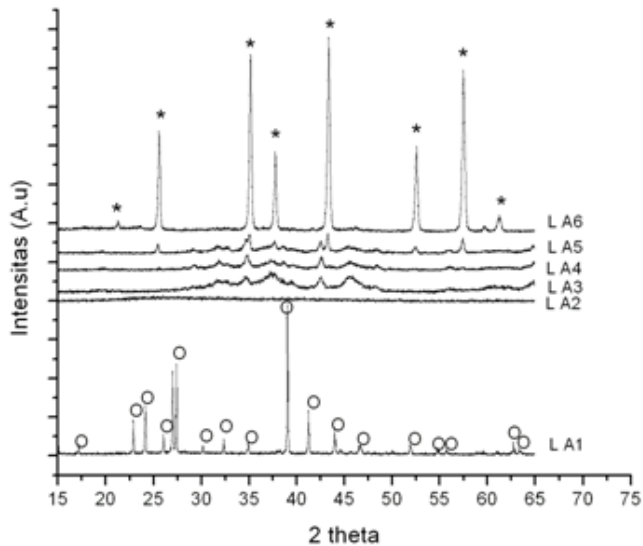


Pada pola-pola difraksi di atas, secara kualitatif posisi puncak secara umum pada kode sampel LA6, LB6 dan LC6 terlihat sama, namun tinggi puncak atau intensitas dari difraksi tersebut berbeda. Begitu juga pada kode sampel LA1, LB1 dan LC1 terlihat posisi puncak secara umum sama, tetapi intensitas atau tinggi puncaknya berbeda. Ini mengindikasikan bahwa adanya perbedaan presentase berat fasa dari sampel sampel di atas. Mengenai presentase berat fasa ini akan dibahas lebih lanjut pada Subbab 4.3. Pada Gambar 4.6 sampai 4.8 juga teramati bahwa penambahan PEG berpengaruh pada kristalisasi  $\alpha$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> pengaruh ini dapat dilihat dari meningkatnya intensitas fasa tersebut mulai dari sampel-sampel LA5-LA6, LB5-LB6, LC5-LC6.

Secara khusus, misalnya, diinspeksi lebih lanjut puncak (1 1 6) pada sudut  $2\theta = 57,5^\circ\text{C}$ . Intensitas pada sampel LA5 dibanding LA6 adalah 588 dibanding 855 atau 0,69, sementara intensitas pada sampel LB5 dibanding LB6 adalah 682 dibanding 869 atau 0,76. Selanjutnya, intensitas untuk sampel LC5 dibanding LC6 adalah 830 dibanding 888 atau 0,97. Hal ini membuktikan bahwa intensitas semakin meningkat dengan penambahan PEG. Jadi penambahan gugus C-O-H meningkatkan kristalisasi fasa  $\alpha$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> pada temperatur 1050 °C. PEG juga berpengaruh pada terbentuknya fasa  $\kappa$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> pada Gambar 4.6 Pola XRD sampel tanpa PEG LA5 memperlihatkan adanya  $\kappa$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. Namun tidak demikian pada sampel dengan penambahan PEG LB5 dan LC5 (Gambar 4.7 dan 4.8) yang tidak memperlihatkan adanya fasa  $\kappa$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>.

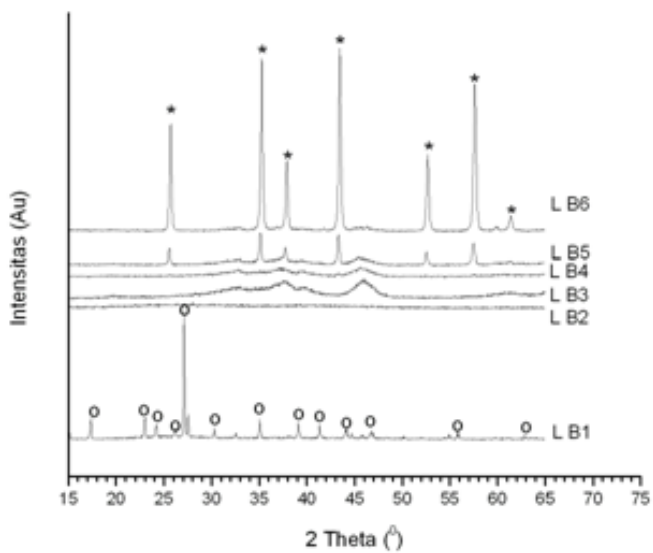
Pada Gambar 4.6-4.8 terlihat bahwa lebar puncak dari pola-pola difraksi relatif sama, terkecuali gambar-gambar yang menunjukkan amorf. Pelebaran puncak yang relatif sama menunjukkan bahwa fasa utama yang terbentuk pada sampel-sampel tersebut memiliki ukuran kristal tanpa perbedaan yang signifikan dan masih dalam skala nanometer (Pratapa et al., 2010). Dari hasil analisis fasa yang telah dilakukan dapat

mengetahui fasa-fasa yang terbentuk, tetapi untuk mengetahui ukuran kristalnya dapat menggunakan perangkat lunak MAUD. Selain itu, dalam perangkat lunak ini, *setup* instrumen diumpamakan untuk mendapatkan pelebaran puncak karena efek instrumen (Balzar, 2005). Adapun beberapa penelitian yang menggunakan perangkat lunak MAUD untuk analisis ukuran kristal diantaranya adalah yang dilakukan oleh Geuilmeau pada tahun 2004 dengan penelitian yang berjudul *Combined analysis of texture alumina ceramics by neutron diffraction*. Mengenai ukuran kristal akan dibahas lebih lanjut pada Subbab 4.4



**Gambar 4.6** Pola difraksi sinar-X (radiasi  $\text{CuK}\alpha_{1,2}$ ) untuk sampel tanpa PEG. Numenklatur sampel dapat dilihat pada Tabel 3.1

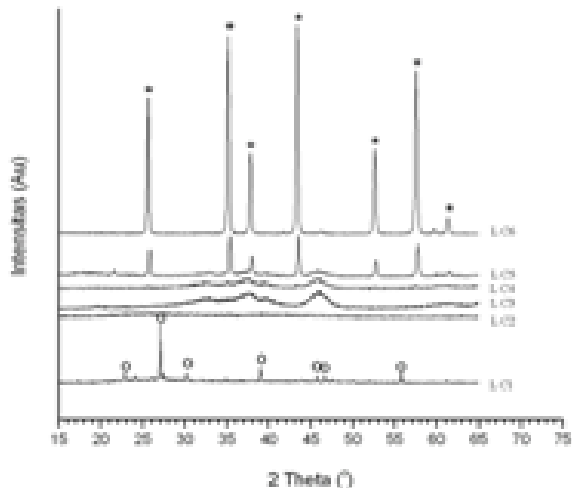
Ket: \* = korundum; o = kloroaluminat



**Gambar 4.7** Pola difraksi sinar- X (radiasi  $\text{CuK}\alpha_{1,2}$ ) untuk sampel PEG400. Numenklatur sampel dapat dilihat pada Tabel 3.1

Ket: \* = korundum; o = kloroaluminat





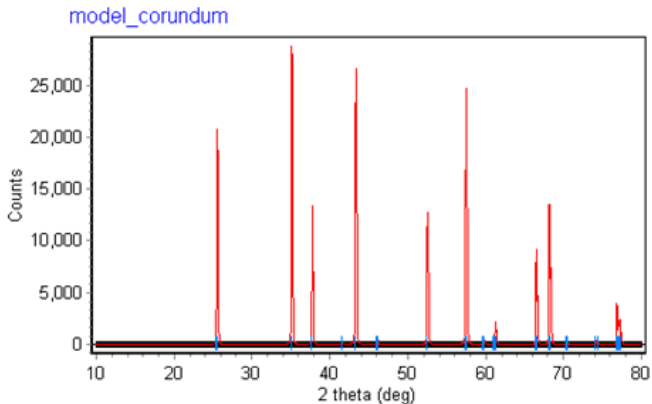
**Gambar 4.8** Pola Difraksi Sinar- X (radiasi  $\text{CuK}\alpha_{1,2}$ ) untuk sampel PEG1000. Numenklatur sampel dapat dilihat pada Tabel 3.1

Ket: \* = korundum; o = kloroaluminat

### 4.3.2 Analisis Kuantitatif

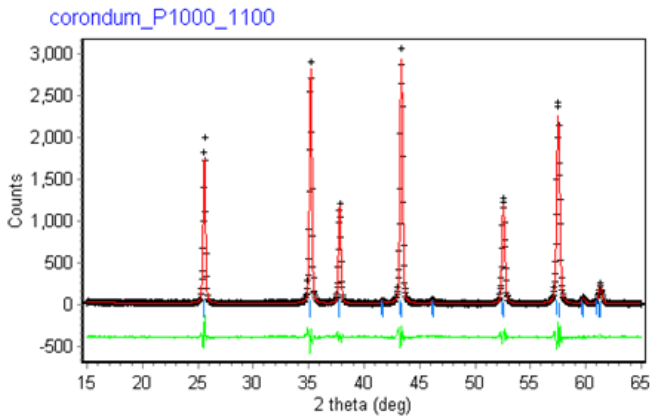
Identifikasi fasa pada hasil pencampuran logam terlarut dengan dan tanpa penambahan PEG400 maupun 1000 selesai dilakukan, pada analisis kuantitatif ini difokuskan untuk meninjau sampel dengan kode LA6, LB6 dan LC6. Setelah itu dilanjutkan dengan analisis *Rietveld* menggunakan perangkat lunak *Rietica* (Hunter, 1998). Menggunakan analisis dengan *Rietica* perlu

membuat model pola terhitung untuk fasa yang didapatkan dari *database* kristalografi yang sesuai. Pada penelitian ini model dibuat berdasarkan data *ICSD* untuk korundum (no.25778) seperti ditunjukkan pada lampiran B. Untuk pola difraksi terhitung dari masing-masing fasa dapat dilihat pada lampiran C.



**Gambar 4.9** Pola difraksi pemodelan Aluminium Oksida (korundum)

Penghalusan dengan perangkat lunak Rietica dilakukan setelah model selesai dibuat. Parameter-parameter yang diubah adalah *background* (B0, B1, B2, B3), *sample displacement*, parameter kisi, *phase scale*, *factor thermal* (B), komponen Gaussian (U), dan komponen Gamma ( $\gamma_0$ ). Contoh hasil proses penghalusan dengan metode Rietveld ditunjukkan pada Gambar 4.11. Untuk penghalusan dengan metode Rietveld selengkapnya ditunjukkan pada Lampiran D.



**Gambar 4.10** Contoh pola hasil penghalusan sampel dengan kode AIC6 menggunakan metode Rietveld (Hunter, 1998)

Gambar 4.10 menunjukkan pencocokan dengan metode *Rietveld* dapat dinyatakan selesai dan diterima, karena mengikuti kriteria utama yaitu plot selisih (kurva warna hijau) antara pola terhitung garis lurus warna merah dan pola terukur (tanda +++ warna hitam) memiliki fluktuatif yang relatif kecil. Hal ini dapat diamati secara visual, tidak dapat dikuantisasi. Penghalusan parameter-parameter ini juga dapat diterima karena besar nilai error fasa atau GoF (*Goodness-of-Fit*)  $< 4\%$ ,  $R_p$  (faktor profil),  $R_{wp}$  (faktor profil terbobot),  $R_{exp}$  (faktor harapan)  $< 20\%$  dan error fasa/RB  $< 10\%$  (Kisi, 1994). Untuk hasil penghalusan dengan Rietveld ditunjukkan pada Tabel 4.2

**Tabel 4.2** Nilai FoM hasil penghalusan *Rietveld* untuk sampel L dengan dan tanpa penambahan PEG pada temperatur 1100°C

Sampel	Figures of Merit (FoM) (%)				
	GoF	Rp	Rwp	Rexp	R <sub>B</sub>
LA6	2,77	11,34	15,93	9,56	1,43
LB6	3,36	11,69	17,98	9,85	1,64
LC6	1,96	9,06	13,90	9,91	1,25

**Tabel 4.3** Parameter kisi sampel L dengan dan tanpa penambahan PEG pada temperatur 1100°C

Sampel	Parameter kisi (Å)		Volume sel (Å <sup>3</sup> )
	a = b	c	
LA6	4,7655	13,0082	255,84
LB6	4,7644	13,0057	255,67
LC6	4,7634	13,0029	255,51

**Tabel 4.4** Kristalisasi  $\alpha$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> sampel L dengan dan tanpa penambahan PEG pada temperatur 1100°C

Sampel	Faktor skala (x 10 <sup>-4</sup> )
LA6	0,310919
LB6	0,398413
LC6	0,451265

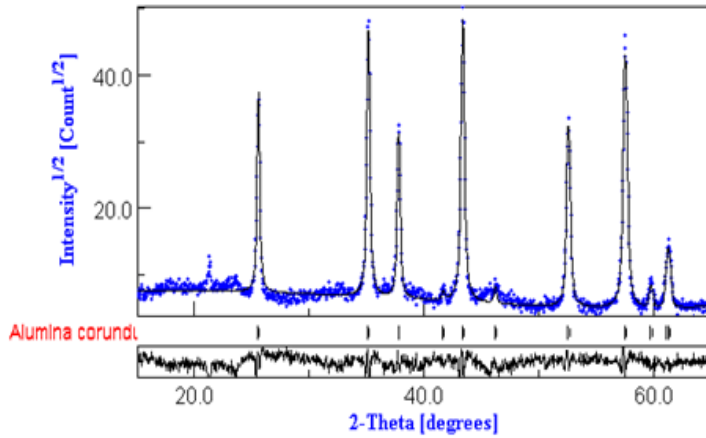
Dari keluaran penghalusan parameter-parameter fasa pada tiap sampel kalsinasi temperatur 1100°C kode LA6, LB6 dan LC6. Secara umum, pencocokan (*fitting*) dengan metode *Rietveld* bisa dinyatakan selesai mengikuti dua kriteria utama yaitu plot

selisih antara pola terhitung dan pola terukur memiliki fluktuatif yang relatif kecil, kecocokan data terukur dan terhitung menunjukkan bahwa pada Tabel 4.2 didapatkan nilai GoF pada sampel ini relatif kecil seperti yang telah ditunjukkan pada tabel. Hal ini disebabkan kecocokan antara analisis kualitatif fasa dan kuantitatif dengan perangkat lunak *Rietica* sama. Pada Tabel 4.3 didapatkan hasil parameter kisi sampel LA6, LB6 dan LC6. Apabila ditinjau lebih lanjut untuk sampel kode LC6 dibandingkan LB6 dan LA6, nilai parameter kisi dan volume sel korundum sedikit turun terhadap penambahan PEG dan peningkatan gugus PEG. Hal ini menunjukkan bahwa penambahan PEG berperan sebagai templat untuk prekursor

Pada Tabel 4.4 untuk kristalisasi sampel Al dengan dan tanpa penambahan PEG pada temperatur 1100°C, apabila ditinjau lebih lanjut kode LA6, LB6 dan LC6 dari faktor skalanya dapat diketahui bahwa semakin besar nilai faktor skala, maka intensitasnya juga semakin tinggi sehingga menyebabkan kristalisasi  $\alpha$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> semakin baik. Dengan kata lain, penambahan PEG berkorelasi dengan peningkatan nilai faktor skala kristalisasi  $\alpha$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>.

#### 4.4 Analisis Ukuran Kristal

Analisis ukuran kristal Al tanpa dan dengan penambahan PEG400 dan 1000 yang disintesis dengan metode dissolved-method dengan variasi temperatur dan waktu tahan selama 1 jam dilakukan dengan menggunakan program MAUD. Sampel yang ditinjau lebih lanjut dengan perangkat lunak ini yakni kode LA5, LA6, LB5, LB6, LC5 dan LC6. Proses penghalusan dilakukan dengan menghaluskan parameter background, faktor skala, parameter kisi, faktor termal, parameter-parameter pelebaran puncak, ukuran kristal, micro-strain, distribusi ukuran kristal ( $D_v$ ), dan distribusi microstrain. Hasil keluaran dari penghalusan parameter-parameter dengan MAUD ini berupa ukuran kristal, yang dapat dilihat secara langsung ditunjukkan pada Gambar 4.11



**Gambar 4.11** Plot hasil penghalusan menggunakan MAUD ( $\lambda_{\text{CuK}\alpha} = 1,54056 \text{ \AA}$ ) untuk sampel LA6

**Tabel 4.5** Tabel FoM penghalusan dengan MAUD pada sampel L tanpa dan dengan penambahan PEG pada temperatur 1100°C

Sampel	Figure Of Merit (FoM) (%)			
	Sig	Rw	Rb	Rexp
LA6	1,6862284	16,129723	11,788988	9,565562
LB6	1,9346223	19,056423	13,380786	9,850203
LC6	1,6546987	16,400879	11,991983	9,911701

**Tabel 4.6** Ukuran kristal dengan MAUD pada sampel L tanpa dan dengan penambahan PEG400 dan 1000 pada temperatur 1100°C

Sampel	Ukuran Kristal (nm)
LA6	235,4 (1)
LB6	217,5 (1)
LC6	138,6 (1)



Pada Tabel 4.6 terlihat bahwa kristal L sebagai fasa utama pada sampel LC6 memiliki ukuran yang lebih kecil dari pada sampel LB6 dan LC6. Hal ini terjadi karena PEG dipercaya berperan sebagai templat yang dapat mencegah penggumpalan dari nanopartikel dan secara kinetik dapat mengontrol laju pertumbuhan bidang-bidang kristalografi sepanjang bidang tertentu (Jin Du et al., 2006). Reduksi dari penggumpalan partikel disebabkan karena adsorpsi PEG secara terus-menerus yang dapat menyebabkan entropi berkurang dan meningkatkan energi bebas sistem. Peristiwa ini dapat mencegah partikel untuk berpindah dan bergabung (Meskhani, 2011). Ukuran kristal fasa L pada sampel tanpa penambahan PEG (LA6) memiliki ukuran kristal yang paling besar sedangkan pada sampel-sampel dengan penambahan PEG400 (LB6) dan PEG1000 (LC6) menghasilkan ukuran yang lebih kecil, yakni pada sampel LB6 dan LC6 yaitu 217,5 dan 138,6 nm. Secara umum ukuran kristal tiap sampel dalam skala mikrometer ( $> 100$  nm). Tabel 4.6 secara umum menunjukkan bahwa ukuran kristal yang lebih kecil diperoleh pada sintesis dengan penambahan PEG1000. Hal ini terjadi karena pada penambahan PEG1000 dimungkinkan terjadinya perluasan atau pemanjangan rantai PEG1000, sehingga memungkinkan pertumbuhan satu dimensi partikel. Karena semakin panjang rantai ikatan C dan OH, maka semakin dapat mengontrol pertumbuhan kristal secara baik.

“ Halaman ini sengaja dikosongkan”

## **BAB V**

### **KESIMPULAN**

#### **5.1 Kesimpulan**

Dari hasil penelitian yang telah dilakukan dapat disimpulkan :

- a. Sintesis serbuk  $\text{Al}_2\text{O}_3$  menggunakan metode logam-terlarut asam menghasilkan fasa kristal ( $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ ) pada temperatur  $1100^\circ\text{C}$ .
- b. Kenaikan temperatur kalsinasi dapat meningkatkan pembentukan kristal.
- c. Penambahan PEG berpengaruh pada kristalisasi  $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ , hal ini dapat dilihat dari meningkatnya intensitas fasa
- d. Ukuran partikel yang terbentuk paling kecil pada temperatur  $1100^\circ\text{C}$  dengan penambahan PEG1000 yaitu 138,6 nm.

#### **5.2 Saran**

Dari hasil penulisan Tugas Akhir ini disarankan untuk dilakukan uji TEM untuk mengetahui hasil pengamatan TEM untuk mengkonfirmasi hasil analisis hasil ukuran kristal dengan MAUD.

“Halaman ini sengaja dikosongkan”

## DAFTAR PUSTAKA

- Cullity, BD., 1959. **Elements of x-ray Diffraction** . Addison Wesley Publishing Company Inc.
- Cullity BD. 1987. **Elements of x-ray diffraction, 2<sup>nd</sup> edn.** Addison- Wesley, Publishing Company, Inc, Notre Dame.
- Ginting.Masno., Ramlan., Muljadi. 2007. **Pembuatan Keramik Beta Alumina ( $\text{Na}_2 - \text{Al}_2\text{O}_3$ ) dengan Aditif MgO dan Karakterisasi Sifat Serta Struktur Kristalnya.** ISSN, 7, 01-03
- Gua,J., Xiang,C., Li,J., 2006. **Low Temperature Synthesis of Ultrafine  $\alpha$ -  $\text{Al}_2\text{O}_3$  Powder by a simple aqueous sol gel process.** Ceramics International, 32, 587- 591
- Hunter, B.A., 1998. **Rietica - A Visual Rietveld Program.** In Newsletter of International Union of Crystallography 20, 21.
- J, G Li dan X, Sun., 2000. **Synthesis and Sintering Behavior of a Nanocrystalline Alumina Powder.** Acta Material, 48, 3103- 3112
- Lee dan Rainforth, 1994 . **Ceramic Microstructures**, edisi ke- 2, Kluwer Academic Publishers, P280.
- Li dan PanYubai, 2005. **Low temperature synthesis of ultrafine  $\alpha$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$  powder by a simple aqueous sol-gel process,** Shanghai Institute of Ceramics, China
- Potdar.,Jun Won.,Bae Wook., 2007. **Synthesis of nano-sized porous  $\gamma$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$  powder via a precipitation/digestion route,** Korea Research Institute of Chemical Technology, Korea
- Pratapa S, 1997 . **Synthesis and Character of a functionally-graded . Synthesis and Character of a functionally-**

- graded aluminium titanate/ziconia alumina composite**, thesis, Curtin University of technology, Australia.
- Pratapa S. 2004 . **Bahan Kuliah Difraksi sinar-x**, Jurusan Fisika FMIPA ITS, Surabaya
- Pratapa, S., 2009. **Analisis data Difraksi Menggunakan Metode Rietveld**. Surabaya.
- Saptawendar, R dan B, Sunendar . 2011. **Oryza Sativa Pulp a Template in  $\alpha$ - Alumina Nanocrystalline Synthesis by Precursor Calcining Proses**. Jurnal Selulosa, 1, 01-07
- Stumpf.,Russel Allen., Tucker., 1950. **Thermal Transformations of Aluminas and Alumina Hydrates**. Aluminum Company of America, New Kensington, Pa.
- Sutrisno. 2006. **Analisis kuantitatif untuk campuran korundum dan periklas dengan efek mikroabsorpsi**. Fisika-FMIPA Surabaya , ITS
- Pamungkas,Anno.D. 2012. **Pengaruh *Milling Time* Terhadap Pembentukan Intermetalik  $\gamma$ -TiAl Hasil *Mechanical Alloying* Dengan Menggunakan *Planetary Ball Mill*** . Tugas Akhir, Institut Teknologi Sepuluh Nopember : Surabaya

## LAMPIRAN A

### DATA ICSD dan COD Analisis Kuantitatif Data Difraksi Sinar X

Data ICSD untuk Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (Korundum)

COL ICSD Collection Code 25778

DATE Recorded Sep 23, 1986; updated Nov 10, 1997

NAME Aluminium oxide - alpha

MINR Corundum

FORM Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>

= Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>

TITL Refinement of the Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-alpha, Ti<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, V<sub>2</sub>O<sub>3</sub> and  
Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub> structures

REF Zeitschrift fuer Kristallographie, Kristallgeometrie,

Kristallphysik, Kristallchemie (-144,1977)

ZEKGA 117 (1962) 235-237

AUT Newnham R E, de Haan Y M

CELL a=4.759(1) b=4.759(1) c=12.991(5)  $\alpha=90.0$   $\beta=90.0$   
 $\gamma=120.0$

V=254.8 Z=6

**SGR R -3 c H (167) - trigonal**

**CLAS -3m (Hermann-Mauguin) - D3d (Schoenflies)**

**PRS hR30**

**ANX A2X3**

**PARM Atom\_No OxStat Wyck -----X----- -----Y----- -----Z--  
--- -SOF-**

**Al 1 3.000 12c 0. 0. 0.3520(3)**

**O 1 -2.000 18e 0.306(4) 0. 1/4**

**WYCK e c**

**REM SFP (structure from projections)**

**REM M PDF 43-1484**

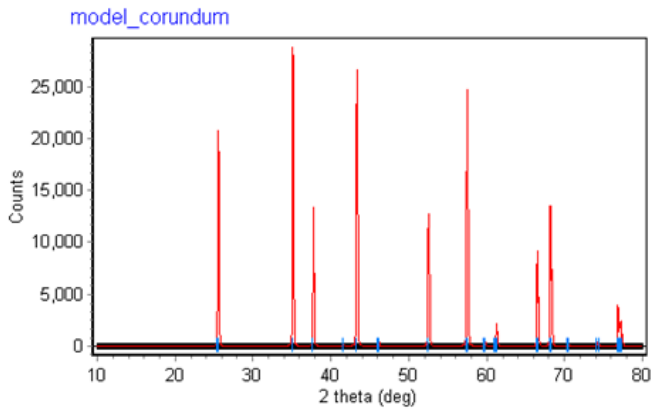
**RVAL 0.090**

**TEST At least one temperature factor missing in the paper.  
(Code 53)**



**LAMPIRAN B**  
**POLA DIFRAKSI TERHITUNG (MODEL)**

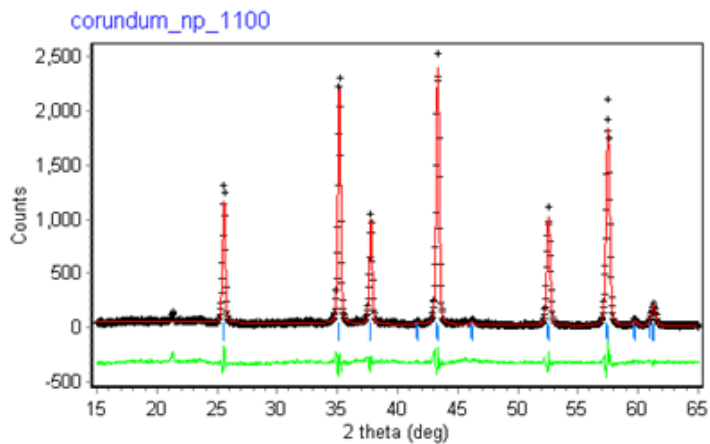
**Model Korundum (PDF 43-1484)**



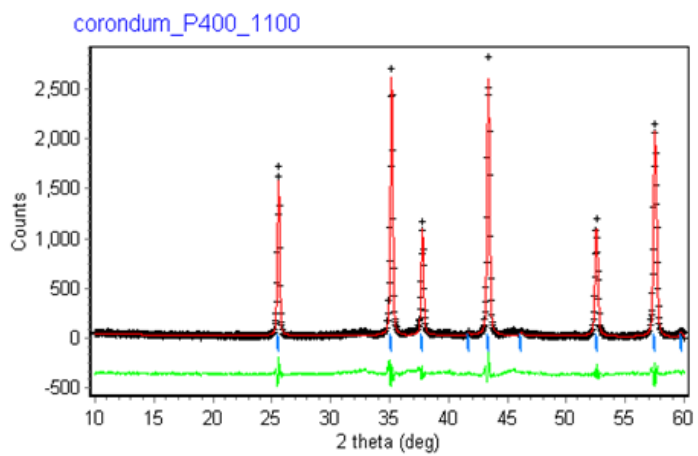
## LAMPIRAN C

Pola Hasil Penghalusan dengan Menggunakan *Retica*

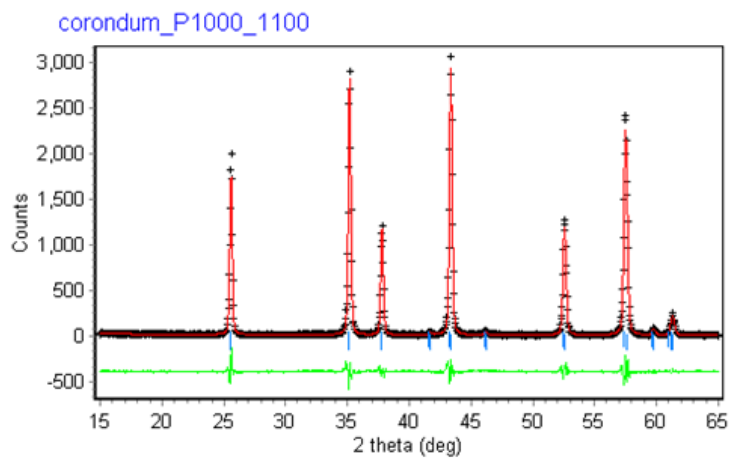
1 Sampel LA6



## 2. Sampel LB6



## 3. Sampel LC6



## LAMPIRAN D

### Keluaran Penghalusan dengan Menggunakan *Retica*

A. Serbuk  $\text{Al}_2\text{O}_3$  pada Temperatur  $1100^\circ \text{C}$  Tanpa penambahan PEG

Parameter	Global Parameter	Korundum
	<i>Value</i>	<i>Value</i>
Rp(%)	11,34	
Rwp(%)	15,93	
Rexp(%)	9,56	
GoF	2,77	
B0	34.0133	
B1	2.71566	
B2	0.993E-01	
B3	0.847E-03	
<i>Sample displacement</i>	-0.192	

<i>Phase scale factor</i>		0,310919
Parameter Kisi	a	4,7655
	b	4,7655
	c	13,0082
<i>Cell Volume</i>		255,84
<i>Gam 0</i>		0,416870
<i>Density</i>		3,969
U		0,209910
Assimetry		131,00
Derived Bragg		1,43
% Weight		611,757

B. Serbuk  $\text{Al}_2\text{O}_3$  pada Temperatur  $1100^\circ \text{C}$  dengan Penambahan PEG 400

Parameter	Global Parameter	Korundum
	<i>Value</i>	<i>Value</i>

Rp(%)		11,69	
Rwp(%)		17,98	
Rexp(%)		9,85	
GoF		3,36	
B0		96,5755	
B1		-6,64249	
B2		0,212405	
B3		-0,2107E-02	
<i>Sample displacement</i>		-0,16660	
<i>Phase scale factor</i>			0,398413
Parameter Kisi	a		4,7644
	b		4,7644
	c		13,0057
<i>Cell Volume</i>			255,67
<i>Gam 0</i>			0,549220
<i>Density</i>			3,974
U			0,112399

Assimetry		0,081300
Derived Bragg		1,64
% Weight		611,757

C. Serbuk  $\text{Al}_2\text{O}_3$  pada Temperatur  $1100^\circ \text{C}$  dengan Penambahan PEG 1000

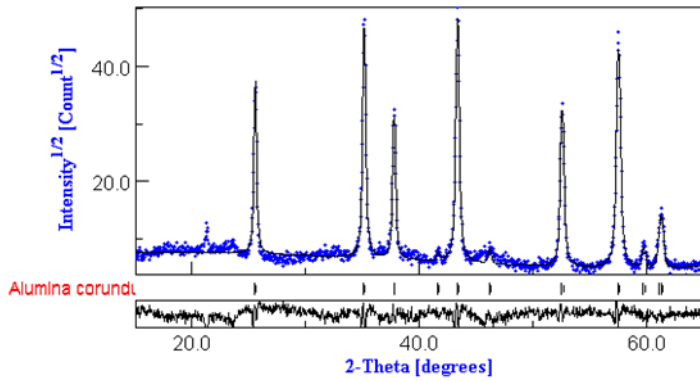
Parameter	Global Parameter	Korundum
	<i>Value</i>	<i>Value</i>
Rp(%)	9,06	
Rwp(%)	13,90	
Rexp(%)	9,91	
GoF	1,96	
B0	44.7823	
B1	-1.35886	
B2	0.241271E-01	
B3	-0.155709E-	



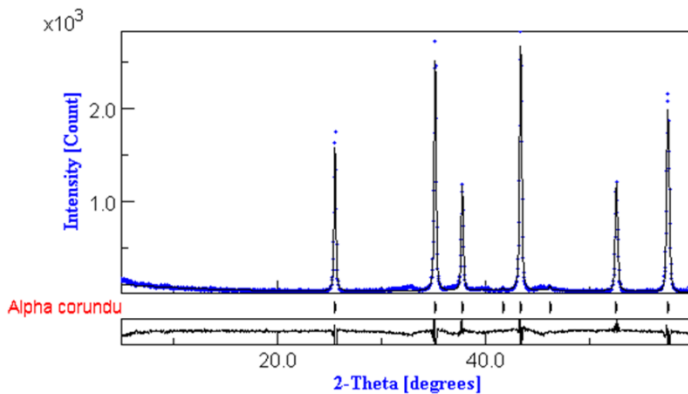
		03	
<i>Sample displacement</i>		-0.19723	
<i>Phase scale factor</i>			0,451265
Parameter Kisi	A		4,7634
	B		4,7634
	C		13,0029
<i>Cell Volume</i>			255,51
<i>Gam 0</i>			0,689220
<i>Density</i>			3,971
U			0,148722
Assimetry			0,095900
Derived Bragg			1,25
% Weight			611,757

## LAMPIRAN E

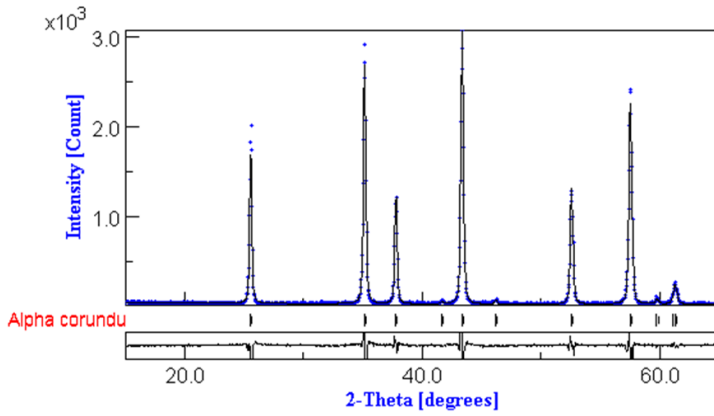
a. Hasil keluaran MAUD sampel LA6



b. Hasil keluaran MAUD sampel LB6



## c. Hasil keluaran MAUD sampel LC6



## BIODATA PENULIS



Penulis dilahirkan di kota Jombang, 26 April 1992 dari pasangan Achmad Subandi dan Siti Mai Saroh Penulis merupakan anak sulung dari tiga bersaudara dan telah menempuh pendidikan formal di Sekolah Dasar Negeri 02 Gongseng Jombang, SMP Negeri 02 Jombang dan SMA Negeri 02

Jombang. Penulis diterima di Jurusan Fisika FMIPA ITS pada tahun 2010 melalui jalur PMDK dan terdaftar sebagai Mahasiswa dengan NRP 1110100008. Di Jurusan Fisika ini, penulis mengambil bidang minat material. Selama menjadi mahasiswa Fisika Fisika ITS penulis aktif dalam organisasi, diantaranya sebagai Staff Divisi Kewirausahaan HIMASIKA ITS periode 2011-2012. Untuk keterangan lebih jelas mengenai tugas akhir ini dapat menghubungi penulis melalui email: [dianitawardani@gmail.com](mailto:dianitawardani@gmail.com).

*“ Hidup yang tidak teruji adalah hidup tanpa makna” - Socrates*