

**SINTESIS DAN KARAKTERISASI NANO Al_2O_3 DARI $\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$
DENGAN METODE SOL-GEL**

SKRIPSI

**FEBRIYANTI ANGELINA
NPM 2117041054**



**FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS LAMPUNG
BANDAR LAMPUNG
2025**

**SINTESIS DAN KARAKTERISASI NANO Al_2O_3 DARI $\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$
DENGAN METODE SOL-GEL**

Oleh

FEBRIYANTI ANGELINA

Skripsi

**Sebagai Salah Satu Syarat untuk Mencapai Gelar
SARJANA SAINS**

Pada

**Jurusan Fisika
Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Lampung**



**FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS LAMPUNG
BANDAR LAMPUNG
2025**

ABSTRAK
SINTESIS DAN KARAKTERISASI NANO Al_2O_3 DARI $\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$
DENGAN METODE SOL GEL

Oleh

FEBRIYANTI ANGELINA

Telah berhasil disintesis nano Al_2O_3 dari $\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ menggunakan metode sol-gel. Penelitian ini bertujuan untuk mensintesis nanopartikel aluminium oksida (Al_2O_3) menggunakan metode sol-gel, serta mengevaluasi pengaruh suhu kalsinasi terhadap pembentukan fasa $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ dan morfologi partikel yang dihasilkan. Proses sintesis dilakukan melalui tahapan pembentukan sol, pengeringan gel, dan kalsinasi pada suhu 700°C , 800°C , 900°C , dan 1000°C . Analisis X-ray Diffraction (XRD) menunjukkan bahwa fasa $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ mulai terbentuk pada suhu 700°C dan paling stabil pada suhu 800°C dengan ukuran kristalit sekitar $40,78\text{ nm}$. Pada suhu 900°C dan 1000°C , terjadi transisi fasa ke NaAlO_2 akibat reaksi dengan ion natrium dari prekursor. Fasa $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ tidak terdeteksi hingga suhu 1000°C , menandakan stabilitas fasa γ pada rentang suhu menengah. Karakterisasi morfologi menggunakan Scanning Electron Microscopy (SEM) Al_2O_3 menunjukkan bahwa Al_2O_3 hasil kalsinasi 1000°C memiliki morfologi berupa agregat partikel yang saling berikatan dengan distribusi ukuran tidak seragam, membentuk aglomerat berpermukaan kasar.

Kata kunci: Al_2O_3 , sol-gel, $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$, suhu kalsinasi, XRD, SEM, nanopartikel.

ABSTRACT

**SYNTHESIS AND CHARACTERIZATION OF Al₂O₃ NANOPARTICLES
FROM Al(NO₃)₃·9H₂O USING THE SOL GEL METHOD**

By

FEBRIYANTI ANGELINA

Nano Al₂O₃ has been successfully synthesized from Al(NO₃)₃·9H₂O using the sol-gel method. This study aims to synthesize aluminum oxide (Al₂O₃) nanoparticles using the sol-gel method and to evaluate the effect of calcination temperature on the formation of γ -Al₂O₃ phase and the resulting particle morphology. The synthesis process involves the stages of sol formation, gel drying, and calcination at temperatures of 700°C, 800°C, 900°C, and 1000°C. X-ray Diffraction (XRD) analysis shows that the γ -Al₂O₃ phase begins to form at 700°C and is most stable at 800°C, with an average crystallite size of approximately 40.78 nm. At 900°C and 1000°C, a phase transition to NaAlO₂ occurs due to a reaction with sodium ions from the precursor. The α -Al₂O₃ phase is not detected up to 1000°C, indicating the stability of the γ phase within the intermediate temperature range. Morphological characterization using Scanning Electron Microscopy (SEM) of Al₂O₃ shows that Al₂O₃ calcined at 1000 °C has a morphology in the form of interconnected particle aggregates with an uneven size distribution, forming agglomerates with rough surfaces.

Keywords: Al₂O₃, sol-gel, γ -Al₂O₃, calcination temperature, XRD, SEM, nanoparticles.

Judul Skripsi : **Sintesis Dan Karakterisasi Nano Al_2O_3 Dari $\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ Dengan Metode Sol-Gel**

Nama Mahasiswa : **Febriyanti Angelina**

NPM : 2117041054

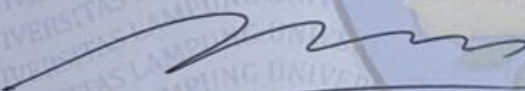
Jurusan : Fisika

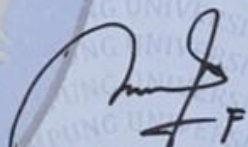
Bidang Keahlian : Material

Fakultas : Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam

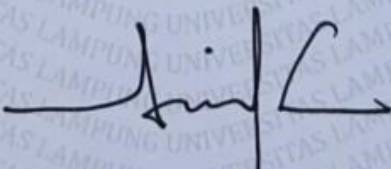
MENYETUJUI

1. Komisi Pembimbing


Prof. Drs. Posman Manurung, M.Si., Ph.D.
NIP. 195903081991031001


Iqbal Firdaus, S.Si., M.Si.
NIP. 199006162019031016

2. Ketua Jurusan Fisika FMIPA


Arif Surtoto, S.Si., M.Si., M.Eng.
NIP. 197109092000121001

MENGESAHKAN

1. Tim Penguji

Ketua : **Prof. Drs. Posman Manurung, B.Sc.,
M.Si., Ph.D.**

Sekretaris : **Iqbal Firdaus, S.Si., M.Si.**

Penguji : **Dra. Dwi Asmi, M.Si., Ph.D.**

2. Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam



Drs. Fauzi Rizki Satria, S.Si., M.Si
NIP. 197110012005011002

Tanggal Lulus Ujian Skripsi : 12 November 2025

PERNYATAAN

Yang bertanda tangan di bawah ini :

Nama : Febriyanti Angelina
Nomor Pokok Mahasiswa : 2117041054
Jurusan : Fisika
Fakultas : Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Perguruan Tinggi : Universitas Lampung

Menyatakan dengan sebenar-benarnya bahwa skripsi saya dengan judul “ **Sintesis Dan Karakterisasi Nano Al₂O₃ Dari Al(NO₃)₃·9H₂O Dengan Metode Sol-Gel**” adalah benar hasil karya sendiri, baik ide, hasil, maupun analisisnya. Selanjutnya saya tidak keberatan jika sebagian atau keseluruhan data di dalam skripsi digunakan oleh dosen atau program studi dalam kepentingan publikasi atas persetujuan penulis dan sepanjang nama saya disebutkan sebelum dilakukan publikasi.

Demikian pernyataan ini saya buat dengan penuh kesadaran untuk dapat digunakan sebagaimana mestinya.

Bandar Lampung, 12 November 2025

Yang Menyatakan



Febriyanti Angelina
NPM. 2117041054

RIWAYAT HIDUP



Penulis dilahirkan di Jakarta, DKI Jakarta pada tanggal 3 Februari 2003, sebagai anak pertama dari tiga bersaudara, dari pasangan Bapak Tony Ginting dan Ibu Erna Rohayani.

Pendidikan Taman Kanak-kanak (TK) Athena diselesaikan pada tahun 2009, Sekolah Dasar (SD) diselesaikan di SDN Teluk Pucung 8 Bekasi pada tahun 2015, Sekolah Menengah Pertama (SMP) di SMPN 21 Bekasi pada tahun 2018, Sekolah Menengah Atas (SMA) SMA Mutiara 17 Agustus Bekasi pada tahun 2021.

Pada tahun 2021, penulis terdaftar sebagai mahasiswa Jurusan Fisika, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam (FMIPA), Universitas Lampung melalui Seleksi Bersama Masuk Perguruan Tinggi Negeri (SBMPTN). Selama menempuh pendidikan penulis pernah aktif dalam kepengurusan Himpunan Mahasiswa Fisika (HIMAFI) Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam (FMIPA) sebagai anggota bidang komunikasi dan informasi. Pada tahun 2024 juga aktif dalam Unit Kegiatan Mahasiswa Kristen (UKMK) Universitas Lampung sebagai sekretaris divisi informasi dan dasar kepemimpinan kristen. Tahun 2023 penulis melakukan Praktik Kerja Lapangan (PKL) Grup Riset Electron Spin (Magnetic material & Nanostructures) Laboratorium Fisika Material dan Instrumentasi Universitas Gajah Mada (UGM) dengan judul laporan “Green Synthesis Dan Karakterisasi Nanopartikel Magnetik (Fe_3O_4) Serta Aplikasinya Dalam Degradasi Metilen Biru”. Tahun 2024 penulis melakukan Kuliah Kerja Nyata (KKN) di Desa Rejomulyo 6, Kecamatan Jati Agung, Kabupaten Lampung Selatan.

MOTTO

“Serahkanlah perbuatanmu kepada TUHAN, maka terlaksanalah segala rencanamu.”

(Amsal 16:3)

“Sebab Aku ini mengetahui rancangan-rancangan apa yang ada pada-Ku mengenai kamu, demikianlah firman TUHAN, yaitu rancangan damai sejahtera dan bukan rancangan kecelakaan, untuk memberikan kepadamu hari depan yang penuh harapan.”

(Yeremia 29:11)

”Biar di telapak kakimu, halus dan kuat melaju”

Nadin Amizah

“One step, one page, one victory.”

PERSEMBAHAN

Dengan penuh rasa syukur kepada Tuhan Yang Maha Esa, karya ini penulis persembahkan kepada :

Bapak Tony Ginting dan Ibu Erna Rohayani

Orang tua Tercinta yang selalu menjadi alasan terbesar penulis untuk bertahan dan melangkah.

Michael Ryan Beltsazar dan Efraim Andosaputra

Adik penulis yang dalam diamnya, menjadi kekuatan kecil bagi penulis agar terus melangkah dan memberi contoh baik.

Jurusan Fisika & Universitas Lampung

Tempat penulis menimba ilmu, berkembang, dan belajar makna tanggung jawab akademik.

SANWACANA

Puji dan syukur penulis panjatkan ke hadirat Tuhan Yang Maha Esa atas segala rahmat, kasih, dan penyertaan-Nya, sehingga penulis dapat menyelesaikan penyusunan skripsi yang berjudul “**Sintesis Dan Karakterisasi Nano Al₂O₃ Dari Al(NO₃)₃·9H₂O Dengan Metode Sol Gel**” sebagai salah satu syarat untuk memperoleh gelar sarjana di Jurusan Fisika, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Lampung.

Perjalanan menyusun skripsi ini bukanlah hal yang mudah. Ada banyak tantangan, keraguan, dan proses belajar yang harus dilalui. Penulis menyadari bahwa penyusunan skripsi ini tidak akan mungkin selesai tanpa dukungan berbagai pihak. Dalam kesempatan ini penulis mengucapkan terima kasih kepada:

1. Bapak Prof. Dr. Posman Manurung B.Sc., M.Si., Ph.D selaku Dosen Pembimbing I yang telah memberikan bimbingan, arahan, dan masukan yang sangat berharga selama proses penyusunan skripsi.
2. Bapak Iqbal Firdaus S.Si. M.Si., selaku Dosen Pembimbing II yang telah membantu dalam memperbaiki dan memberi arahan selama proses penyusunan skripsi.
3. Ibu Dra. Dwi Asmi M.Si., Ph.D. selaku Penguji yang telah memberi saran dan kritik selama penyusunan skripsi.
4. Bapak Arif Surtono, S.Si., M.Si., M.Eng., selaku Ketua Jurusan Fisika Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Lampung.
5. Ibu Dr. Sri Wahyu Suciwati, S.Si., M.Si. selaku Pembimbing Akademik.
6. Orang tua tercinta, Bapak Tony Ginting dan Ibu Erna Rohayani yang selalu menjadi sumber kekuatan, doa, dan cinta yang tidak pernah habis.
7. Adik tersayang, Michael Ryan Beltsazar dan Efraim Andosaputra yang selalu

memberi dukungan dan cinta kasih berharga bagi penulis.

8. Sri Putri Jelita dan Azura Khoiruniza selaku teman penelitian penulis yang telah hadir dan bertahan bersama dalam ruang-ruang penuh percobaan, dalam tawa yang sejenak dan dalam diam yang saling memahami.
9. Larashati Susandy selaku sahabat penulis sejak menginjak bangku perkuliahan terima kasih telah menjadi bahu untuk bersandar, telinga untuk mendengar dan tangan yang tak pernah berhenti menolong.
10. Mikha Vincencia Manullang selaku adik penulis selama di Bandar Lampung yang selalu membantu dan memberikan dukungan kepada penulis.
11. Rusmauli Defana Panjaitan selaku kakak penulis yang menjadi motivasi dan teladan dalam kehidupan.
12. Vanya, Jeje, Pebry, Natalia, Grace, Angel, Flora, Nina, Hanin, Diah, Dame, Melisa dan Onesimus selaku sahabat penulis yang kebersamai dalam kehidupan perkuliahaan.
13. Pengurus UKM Kristen Periode 2024 yang telah menjadi rumah dalam bertumbuh dan melayani bagi penulis.
14. Febriyanti Angelina, diri penulis yang telah bertahan meski berkali-kali ingin menyerah, tetapi percaya bahwa setiap proses yang terlewati tidak sia-sia, ini hanyalah permulaan, teruslah tumbuh dengan tenang dan penuh makna.

Penulis menyadari bahwa tanpa bantuan, doa, dan dukungan dari berbagai pihak, karya ini tidak akan pernah sampai pada titik akhir. Semoga skripsi ini dapat memberikan manfaat, menjadi sumbangsih kecil bagi ilmu pengetahuan, serta menjadi langkah awal bagi penulis untuk terus belajar dan berkembang.

Bandar Lampung, 12 November 2025
Penulis,

Febriyanti Angelina
NPM 2117041054

DAFTAR ISI

| | Halaman |
|--|----------------|
| DAFTAR GAMBAR | v |
| DAFTAR TABEL | xivi |
| I. PENDAHULUAN | 1 |
| 1.1 Latar Belakang | 1 |
| 1.2 Rumusan Masalah | 3 |
| 1.3 Tujuan Penelitian..... | 4 |
| 1.4 Batasan Masalah..... | 4 |
| 1.5 Manfaat Penelitian..... | 4 |
| II. TINJAUAN PUSTAKA | 5 |
| 2.1 Nanopartikel | 5 |
| 2.2 Al ₂ O ₃ (Alumina) | 6 |
| 2.3 Metode Sol Gel..... | 8 |
| 2.4 X-Ray Diffractions | 10 |
| 2.5 Scanning Electron Microscopy (SEM)..... | 13 |
| 2.6 X-Ray Fluorescence (XRF)..... | 15 |
| III. METODE PENELITIAN | 17 |
| 3.1 Waktu dan Tempat | 17 |
| 3.2 Alat dan Bahan | 17 |
| 3.2.1 Alat Penelitian..... | 17 |
| 3.2.2 Bahan Penelitian..... | 17 |
| 3.3 Prosedur Penelitian..... | 17 |
| 3.4 Diagram Alir..... | 19 |
| IV. HASIL DAN PEMBAHASAN | 20 |
| 4.1 Analisis X-ray Fluorescence (XRF)..... | 20 |
| 4.2 Analisis Kualitatif..... | 21 |

| | |
|--------------------------------|-----------|
| 4.3 Analisis Kuantitatif..... | 27 |
| 4.4 Analisis Morfologi | 30 |
| V. KESIMPULAN DAN SARAN | 32 |
| 5.1 Kesimpulan..... | 32 |
| 5.2 Saran | 33 |
| | |
| DAFTAR PUSTAKA..... | 34 |
| LAMPIRAN..... | 39 |

DAFTAR GAMBAR

| Gambar | Halaman |
|--|---------|
| 1. Diagram Transformasi Fasa <i>gibbsite</i> ($\text{Al}(\text{OH})_3$) menjadi α - Al_2O_3 | 7 |
| 2. Struktur Kristal γ - Al_2O_3 | 8 |
| 3. Preparasi Sampel Alumina Metode Sol-Gel..... | 9 |
| 4. Difraksi Sinar-X..... | 10 |
| 5. Pola Difraksi dari sampel yang dikalsinasi pada suhu 400 °C , 600 °C 800 °C dan 1000 °C..... | 12 |
| 6. Skema Alat..... | 13 |
| 7. Hasil pengamatan SEM untuk serbuk dengan suhu kalsinasi..... | 14 |
| 8. Penyerapan Radiasi Sinar-X yang datang dan Ter-flouresens..... | 15 |
| 9. Skema Sintesis Al_2O_3 | 18 |
| 10. Diagram Alir..... | 19 |
| 11. Pola Puncak Difraksi Al_2O_3 | 21 |
| 12. Refinement Al_2O_3 Suhu 700°C..... | 27 |
| 13. Refinement Al_2O_3 Suhu 800°C..... | 28 |
| 14. Refinement Al_2O_3 Suhu 900°C..... | 29 |
| 15. Refinement Al_2O_3 Suhu 1000°C..... | 30 |
| 16. Morfologi SEM Al_2O_3 Perbesaran 1000x..... | 31 |

DAFTAR TABEL

| Tabel | Halaman |
|--|----------------|
| 1. Komposisi Kimia sebelum disintesis dan setelah disintesis | 15 |
| 2. Hasil Pengujian XRF Al ₂ O ₃ 0,8 g Sebelum Kalsinasi..... | 20 |
| 3. Δd pada Suhu 700°C. | 23 |
| 4. Δd pada Suhu 800°C. | 24 |
| 5. Δd pada Suhu 900°C. | 25 |
| 6. Δd pada Suhu 1000°C..... | 25 |
| 7. Ukuran Partikel | 26 |

I. PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Nanopartikel termasuk partikel yang berukuran sangat kecil dengan diameter antara 1-100 nm. Nanopartikel merupakan suatu partikel berdimensi tiga. Nanometer memiliki perbedaan dengan sifat pada ukuran yang lebih besar (bulk). Dimana material yang berukuran nano memiliki sifat kimia, fisika dan biologi yang lebih unggul dibandingkan dengan material yang berukuran lebih besar (Khan *et al.*, 2008). Penelitian ini menggunakan nanopartikel Al_2O_3 karena bahan baku pembuatannya mudah didapatkan, ekonomis dan termasuk logam yang secara kimia lebih stabil dibandingkan dengan logam lainnya (Singh *et al.*, 2013). Aluminium oksida (Al_2O_3 atau alumina) adalah jenis keramik oksida atau keramik teknik yang aplikasinya cukup luas, seperti di bidang elektronik, termal, kimia katalis dan mekanik. Alumina ada dua macam berdasarkan komposisi alumina murni adalah polimorfi material yang digolongkan menjadi dua yaitu γ -Alumina Al_2O_3 dan α -alumina Al_2O_3 atau disebut korondum berdasarkan struktur kristal (Ramlan *et al.*, 2007).

Perkembangan aplikasi alumina saat ini adalah pemanfaatan alumina berukuran nano (nanoalumina). Keunggulan dari nanoalumina antara lain memiliki luas permukaan dan volume yang lebih besar jika dibandingkan dengan partikel sejenis dalam ukuran besar. Partikel berukuran kecil dapat meningkatkan luas area permukaan sehingga meningkatkan laju reaksi. Hal ini membuat nanoalumina dapat berperan sebagai katalis dan reaktan yang baik (Tok *et al.*, 2006).

Sintesis Al_2O_3 dipengaruhi oleh dua parameter utama dalam mendapatkan struktur amorf dan mesopori yakni pH tertentu dan suhu kalsinasi (Liu *et al.*, 2010).

Dari beberapa fase alumina yang telah diidentifikasi, γ - Al_2O_3 paling sering digunakan sebagai katalis dan proses adsorpsi. γ - Al_2O_3 memiliki luas permukaan di atas $250 \text{ m}^2/\text{g}$ dan volume pori kurang dari $0,50 \text{ cm}^3/\text{g}$. Fasa γ - Al_2O_3 konvensional biasanya dibuat dengan mengendalikan proses pengendapan, pengeringan dan kalsinasi (Zhang *and* Pinnavaia, 2002). Oleh karena itu, kinerja dari γ - Al_2O_3 tergantung pada sifat komposisi utamanya.

Sintesis gamma alumina (γ - Al_2O_3) dengan metode hidrotermal dan pengontrolan presipitasi dari larutan garam alumina ini memerlukan biaya yang mahal terutama untuk aluminium alkoksida atau garam sebagai sumber dasar Al dan persiapan prosedur yang kompleks dan parameter pengoperasian yang tidak fleksibel mengarah kepada biaya yang lebih tinggi (Wang *et al.*, 2009). Di antara banyaknya metode sintesis, metode sol-gel merupakan metode yang paling baik dan menjanjikan karena menghasilkan partikel-partikel padat dengan kemurnian yang tinggi dan luas permukaan yang besar. Selain itu, keuntungan metode sol-gel adalah memiliki stabilitas termal yang baik, stabilitas mekanik yang tinggi, daya tahan pelarut yang baik, modifikasi permukaan dapat dilakukan dengan berbagai kemungkinan (Parida *et al.*, 2009).

Penelitian tentang sintesis dan karakterisasi γ - Al_2O_3 (gamma alumina) telah banyak dilakukan dengan menggunakan berbagai metode yang bertujuan untuk menghasilkan material dengan sifat unggul, khususnya dalam aplikasi katalis. Beberapa penelitian terdahulu telah berhasil menghasilkan γ - Al_2O_3 dengan ukuran kristal nano menggunakan metode presipitasi dan sol-gel, yang menunjukkan kristalisasi dengan ukuran nanopartikel yang bervariasi antara 1–95 nm. Selain itu contoh penelitian oleh Tabriz *and* Nassaj (2009) menggunakan prekursor $\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ dalam metode presipitasi menghasilkan α - Al_2O_3 dengan ukuran kristal 30–95 nm. Sementara itu, Hosseini *et al.*, (2001) menggunakan metode sol-gel dan presipitasi untuk mensintesis γ - Al_2O_3 yang digunakan dalam proses dehidrasi metanol menjadi dimetil eter, menghasilkan kristal berukuran 26.5 nm.

Keuntungan menggunakan metode sol-gel menurut Widodo (2010) diantaranya adalah homogenitasnya lebih baik, temperatur rendah, kemurnian lebih baik, hemat energi, pencemaran rendah, menghindari reaksi dengan container dan kemurnian tinggi, fase pemisahan cepat, kristalisasi cepat, padatan non kristalin keluar membentuk gelas, pembentukan fase kristal baru dari padatan non kristal baru, produk glass lebih baik ditentukan dengan sifat-sifat gel, produk film spesial.

Berdasarkan uraian yang telah disampaikan, sintesis dan karakterisasi nanopartikel Al_2O_3 dari $\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ dengan metode sol-gel. Proses dimulai dengan persiapan larutan $\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ sebagai sumber ion aluminium dan Na_2CO_3 sebagai pengontrol pH, yang dicampurkan secara perlahan untuk membentuk $\text{Al}(\text{OH})_3$. Selanjutnya, mengalami aging dicuci dan dikalsinasi pada suhu 700°C , 800°C , 900°C , dan 1000°C untuk mengonversi $\text{Al}(\text{OH})_3$ menjadi $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$. Proses ini memerlukan pengaturan suhu yang tepat agar diperoleh fasa $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ dengan struktur kristal yang diinginkan sebelum bertransisi menjadi fasa yang lebih stabil seperti $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$. Hasil sintesis kemudian dikarakterisasi menggunakan teknik Karakterisasi sampel dilakukan menggunakan *X-ray Fluorescence* (XRF) untuk mengetahui kandungan unsur, *X-ray Diffraction* (XRD) untuk mengidentifikasi struktur kristal, dan *Scanning Electron Microscopy* (SEM) untuk mengamati morfologi permukaan material.

1.2 Rumusan Masalah

Adapun rumusan masalah dalam penelitian ini sebagai berikut.

1. Bagaimana sintesis nanopartikel Al_2O_3 dari $\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ dengan metode sol-gel?
2. Bagaimana pengaruh suhu kalsinasi terhadap pembentukan fasa $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ berdasarkan analisis struktur kristal menggunakan XRD?
3. Bagaimana karakteristik morfologi nanopartikel Al_2O_3 yang dihasilkan berdasarkan analisis SEM?

1.3 Tujuan Penelitian

Adapun tujuan dalam penelitian ini sebagai berikut.

1. Sintesis nanopartikel Al_2O_3 dari $\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ menggunakan metode sol-gel.
2. Menganalisis pengaruh suhu kalsinasi terhadap pembentukan fasa $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ dengan menggunakan analisis XRD untuk menentukan struktur kristal dan kestabilan fasa yang terbentuk pada berbagai suhu.
3. Melakukan karakterisasi nanopartikel yang dihasilkan menggunakan teknik SEM untuk mengamati morfologi.

1.4 Batasan Masalah

Adapun batasan masalah dalam penelitian ini sebagai berikut.

1. Bahan utama yang digunakan adalah $\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ dan Na_2CO_3 .
2. Metode yang digunakan metode sol-gel.
3. Karakterisasi yang digunakan XRF, XRD dan SEM.

1.5 Manfaat Penelitian

Adapun manfaat dalam penelitian ini sebagai berikut.

1. Meningkatkan pemahaman mengenai proses-proses kimia yang terlibat dalam sintesis nanopartikel.
2. Memberikan kontribusi dalam pengembangan ilmu material terkait metode sintesis dan karakterisasi nanopartikel Al_2O_3 menggunakan metode sol-gel.
3. Sebagai tambahan referensi di Jurusan Fisika, Fakultas Matematika dan Ilmu pengetahuan Alam, Universitas Lampung.

II. TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Nanopartikel

Nanopartikel dapat diartikan sebagai partikel yang memiliki tiga dimensi dan berukuran dalam skala nanometer, antara 1 hingga 100 nm (Mohanraj *et al.*, 2006). Nanopartikel hadir dalam berbagai bentuk seperti lingkaran, segitiga, kubus, pentagon, silinder, dan lain-lain. Nanopartikel terdiri dari sejumlah atom atau molekul yang memiliki sifat yang sangat berbeda dibandingkan dengan material dalam bentuk besar. Oleh sebab itu, nanopartikel menunjukkan karakteristik elektronik, optik, magnetik, dan kimia yang tidak sama dengan materi dalam skala besar dan atom-atomnya (Kattumuri, 2006).

Nanopartikel adalah kepentingan ilmiah yang besar karena mereka, pada dasarnya, menjadi jembatan antara material ruah dan struktur atom atau molekul. Suatu material ruah harus memiliki sifat fisik yang konstan terlepas dari ukurannya, tetapi pada skala nano sifat yang tergantung pada ukuran sering diamati. Dengan demikian, sifat material berubah ketika ukuran merekamendekati skala nano dan ketika persentase dari permukaan dalam hubungannya dengan persentase volume material menjadi signifikan. Untuk material ruah yang lebih besar dari satu mikrometer (atau mikron), persentase permukaan tidak signifikan dalam kaitannya dengan volume dalam sebagian besar materi. Oleh karena itu sifat yang menarik dan kadang-kadang tak terduga dari nanopartikel adalah sebagian besar disebabkan oleh luas permukaan yang besar pada material, yang mendominasi kontribusi yang diberikan oleh sebagian kecil dari materi (Noer dan Dayana, 2021).

Saat ini, nanoteknologi aktif dalam menciptakan bahan yang memiliki struktur nano dengan pendekatan dari bawah ke atas. Pengembangan bahan pada skala nano

menunjukkan perbedaan dalam sifat yang dipengaruhi oleh prinsip-prinsip mekanika kuantum jika dibandingkan dengan bentuk yang lebih besar. Ukuran partikel yang lebih kecil menyediakan area permukaan yang lebih luas untuk interaksi molekuler, sehingga meningkatkan laju reaksi (Kumar *et al.*, 2013).

Ditinjau dari jumlah dimensi yang terletak dalam rentang nanometer, material nano diklasifikasikan menjadi beberapa kategori, yaitu material nano berdimensi nol, satu, dua dan tiga. Nanopartikel itu sendiri dikategorikan dalam material nano berdimensi nol. Material yang berukuran nano biasanya mempunyai sifat kimia dan fisika yang lebih unggul daripada material berukuran besar (Pokropivny *et al.*, 2009). Karena ukurannya yang kecil nanopartikel dapat menembus berbagai ruang yang tidak dapat ditembus oleh partikel yang berukuran lebih besar. Nanopartikel memiliki nilai perbandingan antara luas permukaan dan volume yang lebih besar jika dibandingkan dengan partikel sejenis dalam ukuran yang besar sehingga membuat nanopartikel lebih reaktif terhadap molekul lainnya. Selain itu, semakin kecil partikel maka semakin besar perubahan magnetik, optik dan sifat elektrik dari partikel tersebut (William *and* Adams, 2006).

2.2 Al₂O₃ (Alumina)

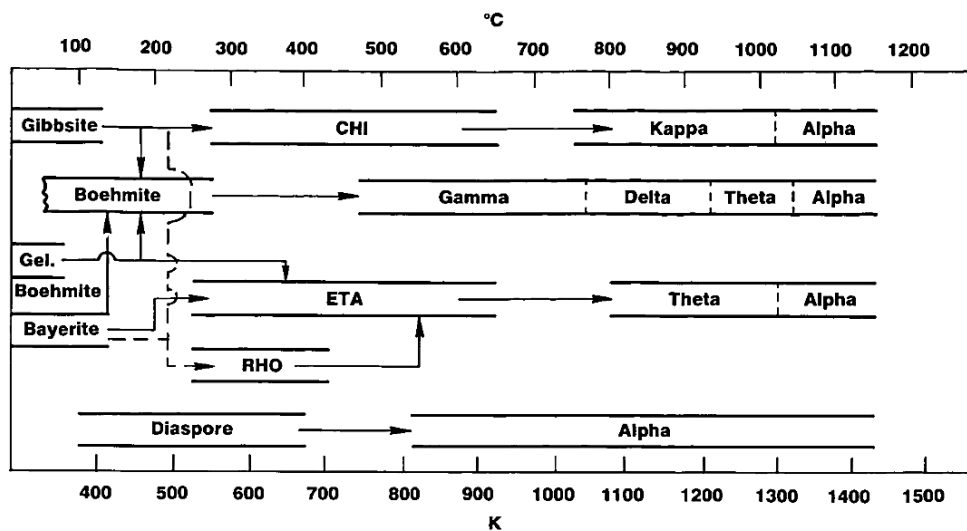
Satu-satunya oksida aluminium adalah alumina, Al₂O₃. Meskipun demikian, kesederhanaan ini diimbangi dengan adanya bahan-bahan polimorf dan terhidrat yang sifatnya bergantung kepada kondisi pembuatannya. Terdapat dua bentuk anhidrat, Al₂O₃, yaitu, (α -Al₂O₃, γ -Al₂O₃). Logam-logam trivalensi lainnya (misalnya Ga, Fe) membentuk oksida-oksida yang mengkristal dalam kedua struktur yang sama. Keduanya mempunyai tatanan terkemas rapat ion-ion oksida, tetapi berbeda dalam tatanan kation-kationnya.

Fasa α -Al₂O₃ stabil pada suhu tinggi dan juga metastabil tidak terhingga pada suhu rendah. Ia terdapat di alam sebagai mineral korundum dan dapat dibuat dengan pemanasan γ -Al₂O₃ diatas 1000 °C. Fasa α -Al₂O₃ diperoleh dengan dehidrasi oksida terhidrat pada suhu rendah 450 °C. Fasa α -Al₂O₃ keras dan tahan terhadap hidrasi dan larut dalam asam. Alumina yang digunakan untuk kromatografi dan

diatur kondisinya untuk berbagai kereaktifan adalah γ - Al_2O_3 . penyerangan asam. γ - Al_2O_3 mudah menyerap air dan larut dalam asam. Alumina yang digunakan untuk kromatografi dan diatur kondisinya untuk berbagai kereaktifan adalah γ - Al_2O_3 (Fitri, 2019).

Struktur dan morfologi material tertentu diperlukan untuk aplikasinya di bidang tertentu. Material anorganik merupakan cabang material penting, yang mendorong pengembangan ilmu pengetahuan dan teknologi. Alumina merupakan material anorganik yang murah dan banyak digunakan. Material ini memiliki struktur kompleks dan banyak fase polimorfik kristal seperti α - Al_2O_3 , β - Al_2O_3 , γ - Al_2O_3 , δ - Al_2O_3 , θ - Al_2O_3 , η - Al_2O_3 , κ - Al_2O_3 , χ - Al_2O_3 , dan ρ - Al_2O_3 . Suhu transisi fasa berbeda untuk prekursor yang berbeda selama kalsinasinya (Digne *et al.*, 2002).

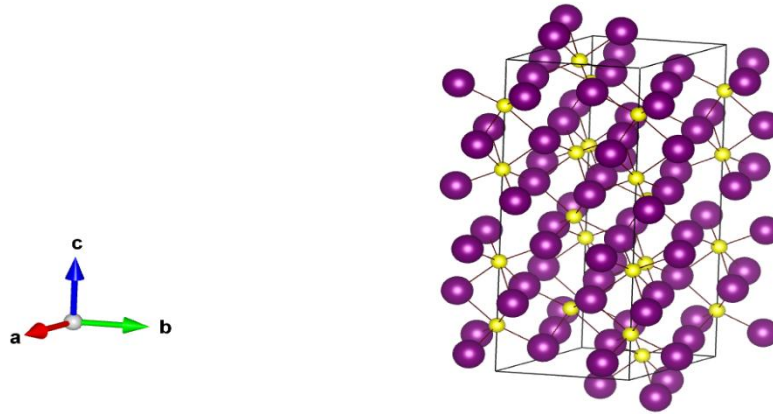
Berikut transformasi fasa aluminium oksida yang ditunjukkan oleh **Gambar 2.1**.



Gambar 2.1 Diagram Transformasi Fasa *gibbsite* ($\text{Al}(\text{OH})_3$) menjadi α - Al_2O_3 (Wafers & Mirsa, 1987).

Alumina dapat dibuat dalam berbagai bentuk sesuai dengan kebutuhan. Dimana partikel alumina dikalsinasi pada temperatur tinggi. Pemanasan pada 2100°C akan memberikan bentuk α , sedangkan pemanasan lebih dari 2100°C akan memberikan bentuk γ . Industri katalis mempunyai spesifikasi untuk sifat-sifat yang harus dimiliki oleh alumina sebagai pendukung katalis. γ - Al_2O_3 merupakan pendukung

katalis yang umum karena harganya relatif murah, stabil pada suhu tinggi dan dapat dibuat dengan pori-pori yang bervariasi (Gates, 1992). Berikut struktur kristal dari γ - Al_2O_3 yang ditunjukkan oleh **Gambar 2.2**.



Gambar 2.2 Struktur Kristal γ - Al_2O_3 dengan VESTA berdasarkan COD 1000017 bola kuning mewakili Al dan ungu mewakili O.

Fasa γ - Al_2O_3 umumnya dijelaskan dengan model struktur spinel cacat (*defective spinel*), di mana sebagian besar kation Al^{3+} menempati posisi oktahedral, dan sisanya pada posisi tetrahedral (Prins, 2020).

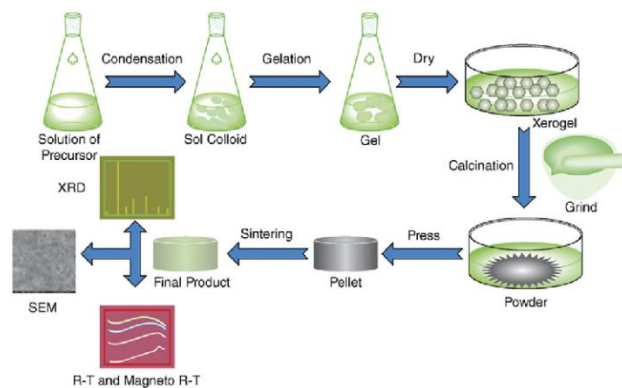
2.3 Metode Sol Gel

Metode sol-gel merupakan salah satu pendekatan yang menjanjikan dalam sintesis material keramik, termasuk gamma-alumina (γ - Al_2O_3), karena kemampuannya menghasilkan partikel dengan ukuran nano, kemurnian tinggi, serta luas permukaan yang besar. Metode ini umumnya melibatkan pembentukan larutan prekursor (sol), yang kemudian mengalami transformasi menjadi gel melalui proses hidrolisis dan kondensasi, dilanjutkan dengan pengeringan dan kalsinasi untuk memperoleh material padat akhir (Parida et al., 2009).

Secara prinsip, metode sol-gel melibatkan transformasi larutan prekursor (sol) menjadi suatu jaringan padat (gel) melalui proses hidrolisis dan kondensasi. Prekursor yang umum digunakan adalah garam logam atau alkoksida logam, yang akan membentuk sol, kemudian mengalami polimerisasi membentuk gel. Setelah itu

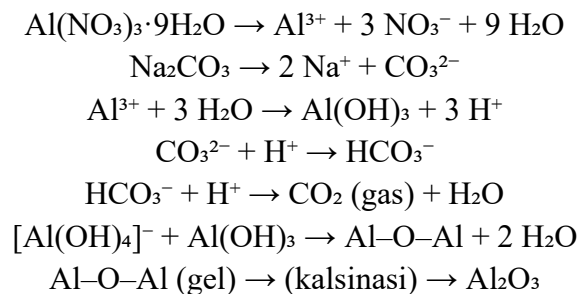
dilakukan pengeringan dan kalsinasi untuk memperoleh material akhir berupa oksida logam (Mishra, 2017).

Dalam konteks sintesis alumina, metode sol-gel dapat digunakan untuk memproduksi γ - Al_2O_3 dan α - Al_2O_3 tergantung pada kondisi kalsinasi. Penelitian oleh Irawati *et al.*, (2013) menunjukkan bahwa γ - Al_2O_3 dapat diperoleh dari kaolin melalui metode sol-gel dengan bantuan polyethylene glycol (PEG) sebagai templating agent dan presipitasi menggunakan NH_4OH . Proses ini dilanjutkan dengan kalsinasi pada berbagai suhu (500–800 °C), di mana struktur kristal terbaik γ - Al_2O_3 diperoleh pada suhu 700 °C.



Gambar 2.3 Preparasi Sampel Alumina Metode Sol-Gel (Yoldas, 1975).

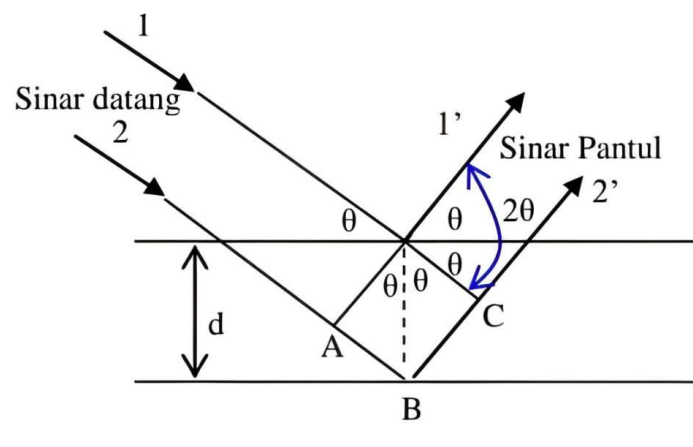
Dalam metode ini proses hidrolisis berlangsung lambat, dan larutan tampak sedikit lebih terang dibanding sebelumnya. Setelah itu, penambahan asam nitrat 69% berat sebagai katalis secara tetes demi tetes, reaksi hidrolisis berlangsung dengan cepat (Yoldas, 1975). Dalam sintesis Al_2O_3 pemilihan prekursor seperti aluminium nitrat nonahidrat ($\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$) dan agen pengontrol pH seperti natrium karbonat (Na_2CO_3) memungkinkan terbentuknya spesies aluminat melalui reaksi hidrolisis dan kondensasi. Berikut adalah tahapan dan reaksi kimia yang terjadi.



2.4 X-Ray Diffractions

Analisis struktur kristal katalis dilakukan menggunakan instrumentasi *X-ray Diffraction* (XRD). Teknik ini digunakan untuk mengidentifikasi suatu material berdasarkan fase kristalin dalam material dengan cara menentukan parameter kisi serta untuk mendapatkan ukuran partikel suatu material yang ditunjukkan dengan difraktogram. Persamaan *Scherrer* digunakan untuk mengukur *broadening* (pelebaran) puncak difraksi sinar-x yang disebabkan oleh ukuran kristal yang kecil. Persamaan *Scherrer* ditunjukkan oleh **persamaan 2.1** berikut (Cullity, 1978).

$$D = \frac{k\lambda}{\beta \cos \theta} \quad (2.1)$$



Gambar 2.4 Difraksi Sinar-X (Bacon, 1966).

Gambar 2.4 menunjukkan proses terjadinya pembentukan puncak-puncak difraksi pada XRD. Dengan keterangan D merupakan diameter rata-rata partikel (nm), k merupakan konstanta dari instrumen yang digunakan, λ panjang gelombang sinar-X yang digunakan (nm), β = pelebaran puncak (radian), dan θ sudut Bragg (radian). Difraksi sinar-X terjadi pada hamburan elastis foton-foton sinar-X oleh atom dalam sebuah kisi periodik. Hamburan monokromatis sinar-X dalam fase tersebut memberikan interferensi yang konstruktif.

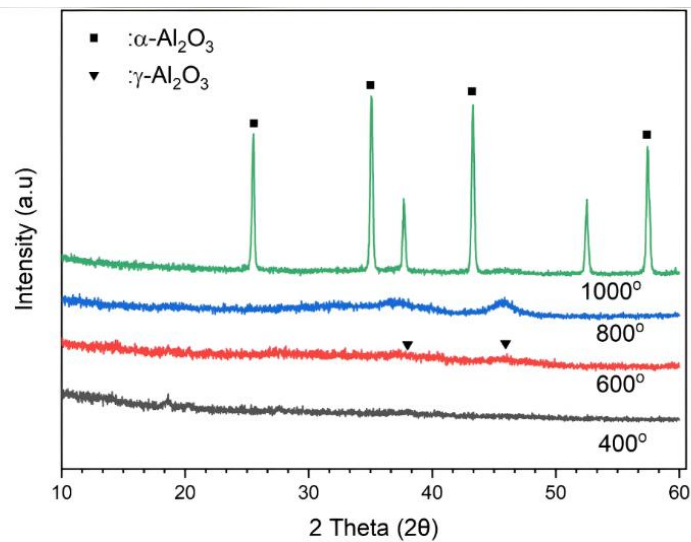
Pembentukan puncak difraksi hanya terjadi ketika Hukum Bragg dipenuhi. Secara fisis jika kita mengetahui panjang gelombang dari sinar yang membentur, kemudian dapat dikontrol sudut dari benturan, maka menentukan jarak antar atom (geometri dari latis). **Persamaan 2.2** menunjukkan persamaan Bragg yang digunakan untuk mempelajari difraktogram atau kisi Kristal berikut (Bragg, 1975).

$$n \cdot \lambda = 2d^{hkl} \cdot \sin \theta \quad (2.2)$$

Dengan d merupakan jarak antara dua bidang kisi (nm), θ merupakan sudut antara sinar datang dengan bidang normal, n bilangan bulat yang disebut sebagai orde pembiasan, λ merupakan panjang gelombang sinar-X yang digunakan (nm).

Berdasarkan persamaan Bragg, jika seberkas sinar-X dijatuhkan pada sampel kristal, maka bidang kristal itu akan membiaskan sinar-X yang memiliki panjang gelombang yang sama dengan jarak antar kisi dalam kristal tersebut. Sinar yang dibiaskan akan ditangkap oleh detektor, kemudian diterjemahkan sebagai puncak difraksi. Semakin banyak bidang kristal yang sama terdapat dalam sampel, makasemakin kuat intensitas pembiasan yang dihasilkan. Tiap puncak yang muncul pada pola XRD mewakili satu bidang kristal yang memiliki orientasi tertentu dalam sumbu tiga dimensi.

Suaebah *et al* (2024) melakukan karakterisasi menggunakan XRD menunjukkan bahwa suhu kalsinasi secara signifikan memengaruhi komposisi fasa dan derajat kristalinitas pada serbuk alumina (Al_2O_3) hasil karakterisasi yang ditunjukkan oleh **Gambar 2.5**.



Gambar 2.5 Pola Difraksi dari sampel yang dikalsinasi pada suhu 400 °C , 600 °C 800 °C dan 1000 °C (E Suaebah *et al* , 2024).

Pada suhu 400 °C, pola difraksi didominasi oleh puncak yang lebar dan berintensitas rendah, yang mengindikasikan bahwa material berada dalam kondisi amorf atau memiliki kristalinitas yang sangat rendah. Peningkatan suhu hingga 600 °C memunculkan puncak-puncak difraksi berintensitas rendah yang sesuai dengan fasa γ -Al₂O₃. Meskipun demikian, puncak yang masih relatif lebar menunjukkan ukuran kristalit yang kecil dan keteraturan struktur yang terbatas.

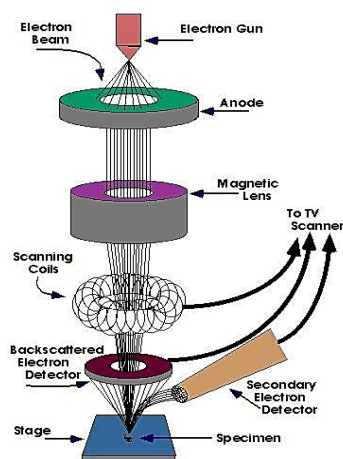
Pada suhu 800 °C, intensitas dan ketajaman puncak γ -Al₂O₃ meningkat secara signifikan, mencerminkan pertumbuhan kristalit dan peningkatan kristalinitas. Transformasi fasa lebih lanjut terjadi pada suhu 1000 °C, ditandai dengan munculnya puncak-puncak tajam berintensitas tinggi yang sesuai dengan fasa α -Al₂O₃. Hal ini mengindikasikan terjadinya transformasi fasa $\gamma \rightarrow \alpha$ serta terbentuknya struktur kristalin yang lebih teratur dan stabil secara termodinamika.

2.5 Scanning Electron Microscopy (SEM)

Pada tahun 1942 tiga orang ilmuwan Amerika yaitu Dr. Vladimir Kosma Zworykin, Dr. James Hillier, dan Dr. Snijder, berhasil merancang sebuah mikroskop elektron metode pemindaian (SEM) dengan resolusi hingga 50 nm atau magnifikasi 8.000 kali. Sebagai perbandingan SEM modern sekarang ini mempunyai resolusi hingga 1 nm atau pembesaran 500.000 kali. Mikroskop elektron cara ini memfokuskan sinar elektron (electron beam) di permukaan objek dan mengambil gambarnya dengan mendeteksi elektron yang muncul dari permukaan objek (McMullan, 2006).

SEM dalam fungsinya menggunakan sumber elektron yang berupa electron gun (pemicu elektron) yang menjadi pengganti sumber cahaya. Karakterisasi ini memungkinkan pemindaian area yang luas dan mengumpulkan sejumlah besar data untuk mendapatkan karakteristik sampel, diantaranya adalah menghitung objek dan mengumpulkan statistik objek tersebut, salah satunya mendapatkan citra morfologi ukuran untuk menentukan distribusi ukuran (Kharin, 2020).

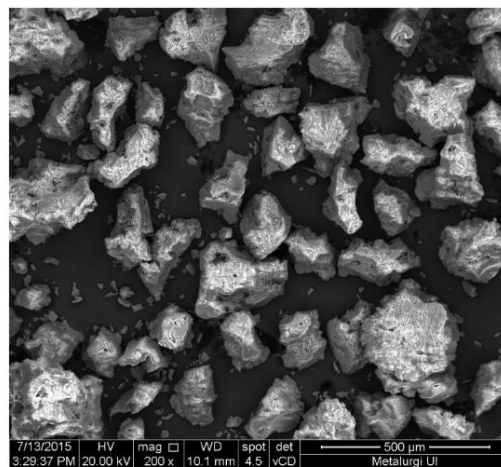
SEM merupakan metode untuk menggambarkan permukaan suatu bahan dengan resolusi yang tinggi. Resolusi yang tinggi pada SEM dihasilkan dari penggunaan elektron dalam menggambarkan permukaan bahan. Resolusi yang dihasilkan juga jauh lebih tinggi dibandingkan dengan mikroskop cahaya (0,1 – 0,2 nm untuk SEM dan 200 nm untuk mikroskop cahaya) (Hanke, 2001). Skema kerja dari SEM ditunjukkan oleh **Gambar 2.6**.



Gambar 2.6 Skema Alat SEM.

Dari **Gambar 2.6** sebuah pistol elektron memproduksi berkas elektron dan dipercepat di anoda. Lensa magnetik kemudian memfokuskan elektron menuju sampel. Berkas elektron yang terfokus memindai (*scan*) keseluruhan sampel dengan diarahkan oleh kumparan pemindai. Elektron mengenai sampel, maka sampel akan mengeluarkan elektron yang baru yang akan diterima oleh detektor (Hanke, 2001).

Suastiyanti *et al*, (2015) melakukan karakterisasi SEM untuk serbuk alumina dengan suhu kalsinasi 500°C yang hasilnya ditunjukkan oleh **Gambar 2.7**.



Gambar 2.7 Hasil pengamatan SEM untuk serbuk dengan suhu kalsinasi 500°C-5 Jam (Suastiyanti *et al*, 2015).

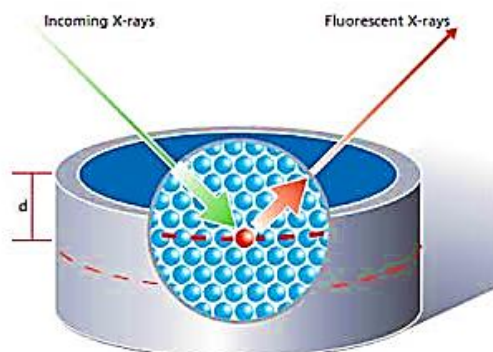
Gambar 2.7 menunjukkan bahwa menunjukkan bahwa butir berbentuk agregat dengan ukuran yang belum homogen dan ukuran porositas yang tidak sama. Porositas pada butir serbuk γ -Al₂O₃ sangat penting agar proses impregnasi unsur Pt, Pd atau Rh kedalam pori-pori γ -Al₂O₃ dapat berlangsung efektif sehingga dapat melakukan proses hidrogenasi parsial cukup baik.

Secara keseluruhan, analisis XRD mengonfirmasi bahwa peningkatan suhu kalsinasi berperan penting dalam meningkatkan kristalinitas dan mendorong transformasi fasa dari amorf γ -Al₂O₃ menjadi fasa α -Al₂O₃ yang lebih stabil dan sesuai untuk berbagai aplikasi fungsional maupun struktural.

2.6 X-Ray Fluorescence (XRF)

XRF adalah metode analisis yang dipakai untuk mendeteksi unsur penyusun dari segala jenis material, baik berupa padatan, cairan, bubuk atau bentuk lain. XRF juga bisa digunakan untuk mendeteksi ketebalan dan komposisi lapisan kimia tertentu. Keunggulan XRF yaitu tidak perlu merusak sampel, sehingga metode ini termasuk dalam non-destructive test, dan hanya memerlukan penyiapan sampel yang sederhana (Brouwer, 2010).

XRF mengkalkulasi panjang gelombang komponen penyusun bahan dari emisi fluoresens sampel ketika disinari dengan sinar-X. Untuk mencapai atom didalam sampel, sinar-X harus melalui lapisan diatasnya, dan lapisan tersebut akan menyerap sebagian dari radiasi yang datang. Sebagian radiasi ini akan meninggalkan sampel, dan sebagian akan terserap.



Gambar 2.8 Penyerapan radiasi Sinar-X yang datang dan ter-flourense (Brouwer, 2010).

Untuk mengetahui persentasi alumina yang dihasilkan melalui analisis XRF yang ditunjukkan oleh **Tabel 2.1**.

Tabel 2.1 Komposisi Kimia sebelum disintesis dan setelah disintesis (Yanuar *et al.*, 2018).

| Elemen (%) | Al | Si | Fe | Ca | Mn | Cu | Logam lain |
|------------------|-------|-------|-------|------|------|------|------------|
| Sebelum Sintesis | 21.10 | 54.60 | 10.50 | 1.20 | 0.18 | 0.15 | 12.27 |
| Sesudah Sintesis | 89.80 | 0.12 | 0.19 | 4.08 | 0.08 | 0.13 | 5.60 |

Yanuar *et al.*, (2018) melakukan karakterisasi XRF pada sampel γ -Al₂O₃ dari zeolit alam sumbawa menunjukkan komposisi kimia sebelum dan setelah disintesis. Komposisi aluminium oksida yang mencapai 89.80% adalah persentase komposisi yang tinggi dibandingkan dengan logam oksida lainnya. Peningkatan persentase alumina dalam penelitian ini disebabkan karena pengotor seperti silika yang tidak larut bersamaan pada proses leaching dan besi sudah terpisah menjadi endapan pada proses pengontrolan pH. kalsium oksida yang persentase komposisinya semakin meningkat, hal ini dikarenakan pada proses *leaching* kalsium oksida larut bersamaan dengan aluminium oksida dan mengalami pengendapan bersamaan dengan aluminium oksida.

III. METODE PENELITIAN

3.1 Waktu dan Tempat

Penelitian ini dilakukan pada bulan Februari 2025 sampai bulan Mei 2025 yang dilakukan di Laboratorium Fisika Material, Jurusan Fisika, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Lampung.

3.2 Alat dan Bahan

3.2.1 Alat Penelitian

Alat yang digunakan dalam penelitian ini diantaranya gelas ukur, gelas beaker, timbangan digital, furnace, kertas whatman, *hotplate stirrer*, spatula, *micro pipet*, furnace, pH meter, mortar dan alu, cawan petri, oven dan alat karakterisasi seperti XRD PANalytical, SEM ZEISS EVO MA 10, XRF PANalytical Epsilon 3.

3.2.2 Bahan Penelitian

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini diantaranya $\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ 98.5% Merck, Na_2CO_3 95% Merck, *aquades*, dan etanol 96%.

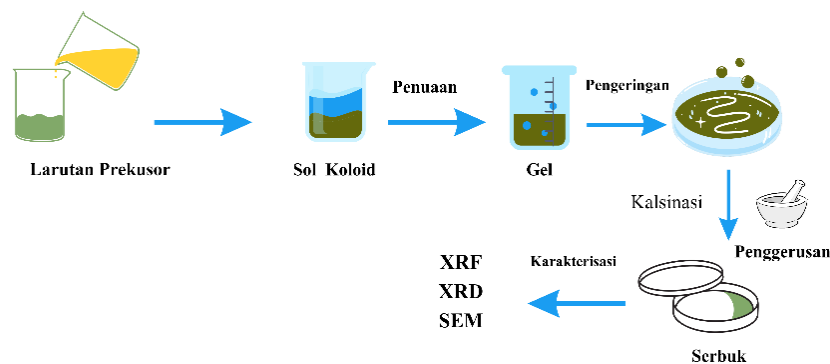
3.3 Prosedur Penelitian

Proses sintesis Al_2O_3 dimulai dengan menimbang 10 g $\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ yang kemudian dilarutkan dalam 100 mL *aquades*. Pelarutan dilakukan dalam gelas beaker 250 mL dengan konsentrasi 0,267 M menggunakan magnetic stirrer pada suhu 60°C hingga larutan homogen dan jernih. Selanjutnya, 5 g Na_2CO_3 dilarutkan dalam 100 mL *aquades* dengan konsentrasi 0,47 M, lalu diteteskan dengan mikro pipet secara perlahan ke dalam larutan prekursor sambil diaduk. Proses ini dilakukan hingga terbentuk sol yang stabil tanpa presipitasi pada pH 7.

Sol yang terbentuk kemudian dibiarkan mengalami gelasi dan aging selama 24 jam pada suhu ruang sehingga terbentuk struktur gel yang kuat. Setelah proses aging, dilakukan pencucian gel menggunakan aquades gel dikeringkan dalam oven pada suhu 150°C selama 24 jam hingga diperoleh padatan kering berwarna putih kusam dan digerus menggunakan mortar dan alu sampai menjadi serbuk. Serbuk yang sudah dihaluskan ditimbang menghasilkan 6,1 g. Sebelum di kalsinasi serbuk Al_2O_3 0,8 g di pisahkan untuk karakterisasi XRF, selanjutnya serbuk Al_2O_3 1,2 g, 1,3 g, 1,1 g, 1,7 g dikalsinasi pada suhu 700°C, 800°C, 900°C dan 1000°C selama 7 jam dalam furnace untuk membentuk fasa $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$. Proses pendinginan dilakukan secara bertahap untuk mencegah retak akibat perubahan suhu mendadak. Setelah di kalsinasi serbuk dihaluskan dan ditimbang kembali, pada suhu 700°C dihasilkan serbuk 0,6 g, suhu 800°C dihasilkan serbuk 0,7 g, suhu 900°C dihasilkan 0,5 g dan suhu 1000°C dihasilkan serbuk 0,9 g. Serbuk Al_2O_3 di karakterisasi XRD dan SEM dengan sampel suhu kalsinasi 1000°C .

Karakterisasi material dilakukan untuk menentukan sifat fisik dan kimia produk. Analisis XRD digunakan untuk mengidentifikasi fasa kristal dan menghitung ukuran partikel menggunakan persamaan Scherrer, SEM digunakan untuk mengamati morfologi dan distribusi partikel, XRF dilakukan untuk mengetahui komposisi unsur dalam sampel, guna memastikan kemurnian dan kandungan aluminium dalam $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ yang terbentuk.

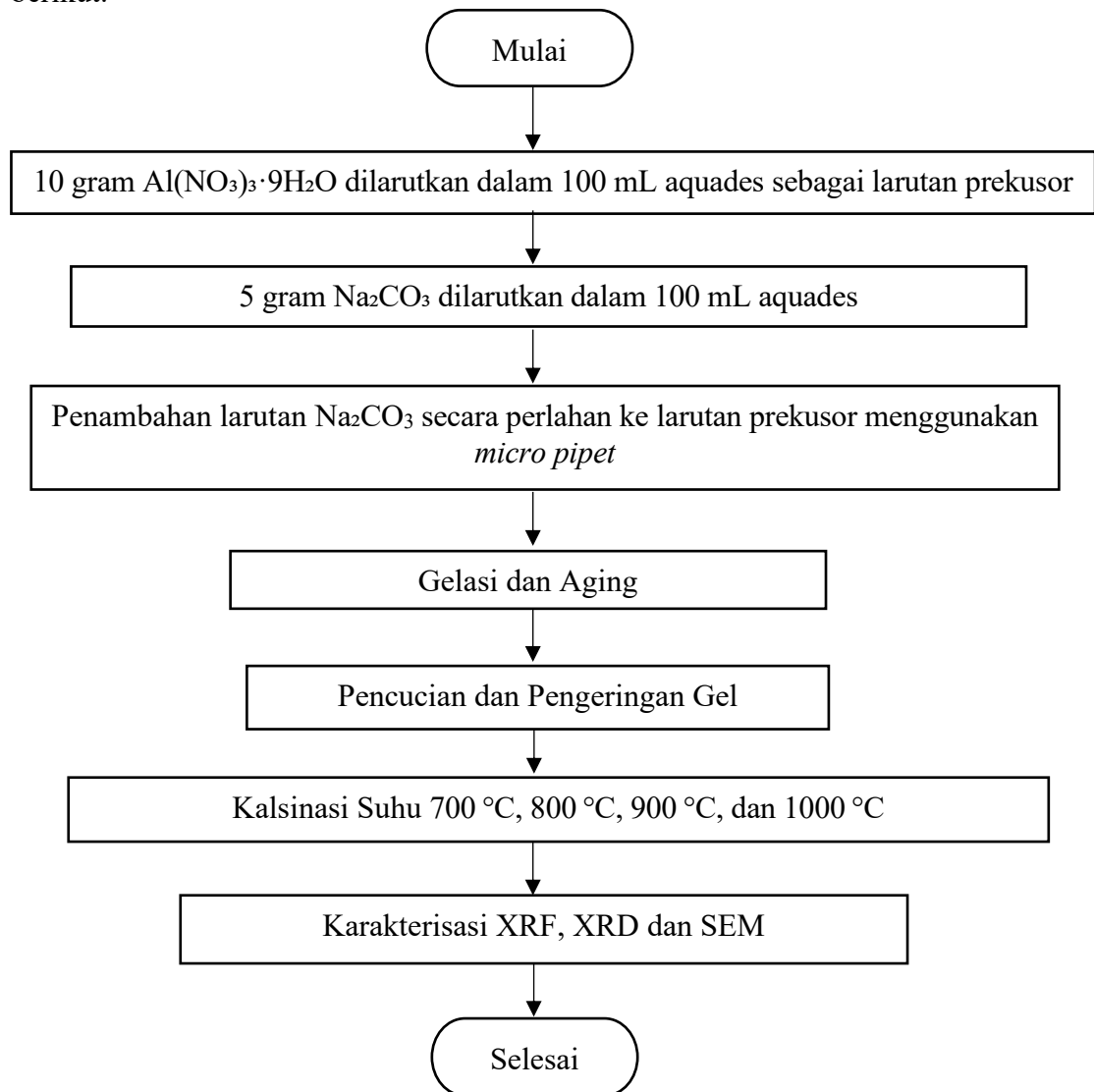
Prosedur penelitian di ilustrasikan oleh **Gambar 3.1**.



Gambar 3.1 Skema Sintesis Al_2O_3 .

3.4 Diagram Alir

Adapun diagram alir pada penelitian ini ditunjukkan oleh **Gambar 3.2** sebagai berikut.



Gambar 3.2 Diagram Alir.

V. KESIMPULAN DAN SARAN

5.1 Kesimpulan

Adapun kesimpulan yang dalam penelitian ini sebagai berikut.

1. Metode sol-gel berhasil diterapkan untuk mensintesis nano Al_2O_3 . Hasil didukung oleh karakterisasi XRF menunjukkan bahwa senyawa utama dalam sampel adalah Al_2O_3 dengan kandungan sebesar 74,503%, yang menandakan bahwa fase dominan adalah $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$.
2. Analisis XRD menunjukkan bahwa suhu kalsinasi berpengaruh signifikan terhadap pembentukan dan stabilitas fase $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$. Fase γ mulai terbentuk pada suhu $700\text{ }^\circ\text{C}$ dan mencapai kristalinitas optimal pada $800\text{ }^\circ\text{C}$ dengan ukuran partikel sekitar 40,78 nm. Namun, pada suhu $900\text{ }^\circ\text{C}$ dan $1000\text{ }^\circ\text{C}$, fase γ menurun dan tergantikan oleh fase NaAlO_2 , akibat reaksi dengan ion natrium dari prekursor. Fase $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ belum terbentuk hingga suhu $1000\text{ }^\circ\text{C}$, yang menunjukkan bahwa $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ masih stabil pada rentang suhu tersebut. Perubahan struktur kristal ini didukung oleh hasil *refinement* dan perhitungan Δd yang menunjukkan pergeseran parameter kisi.
3. Karakterisasi SEM pada perbesaran $1000\times$ menunjukkan bahwa Al_2O_3 hasil kalsinasi $1000\text{ }^\circ\text{C}$ memiliki morfologi berupa agregat partikel yang saling berikatan dengan distribusi ukuran tidak seragam, membentuk aglomerat berpermukaan kasar.

5.2 Saran

Pada peneliti disarankan untuk memperoleh struktur alumina yang lebih padat dan fase kristal yang lebih stabil, disarankan melakukan kalsinasi pada suhu di atas 1200 °. Selain itu, modifikasi metode sintesis dapat membantu mengurangi porositas dan meningkatkan homogenitas mikrostruktur.

DAFTAR PUSTAKA

- Attil, H., Aksas, A., Sebais, M., and Halimi, O. 2024. Synthesis and Characterization of Alumina Powders Obtained at Various Temperatures Via Sol-Gel Method. *Metallurgical and Materials Engineering*. Vol 30. No 3. **Pp.** 67–79
- Bacon, G. E. 1966. *X-Ray and Neutron Diffraction*. Pergamon Press. Oxford. **Pp** 256.
- Bragg, L., Phillips, D. and Lipson, H. S. 1975. *The Development of X-ray Analysis*. Bell. London. **Pp.** 270.
- Brouwer P., 2010, *Theory of XRF: Getting Acquainted with the Principles*, PANanalytical B.V. Almelo.
- Buwono, H. P., Adiwidodo, S., Wicaksono, H., and Firmansyah, H. I. 2021. *Hydrothermal Synthesis and Characterization of Nano-particles γ -Al₂O₃*. IOP Conference Series: Materials Science and Engineering. 1073. **Pp.**2.
- Bhargavi, K. S. 2023. Sol–gel Synthesis and Characterization of Sodium Beta Alumina Powders. *Journal of Survey in Fisheries Sciences*. Vol 10. No 4. **Pp.** 42-45
- Cullity, B.D. 1978. *Element Of X-ray Diffraction*. Addison-Wesley Publishing Company. New Jersey. USA. **Pp.** 84-102.
- Digne, M., Sautet, P., Raybaud, P., Toulhoat, H., and Artacho, E. 2002. Structure and Stability of Aluminum Hydroxides: A theoretical study. *Journal of Physical Chemistry B*. Vol 106. No 20. **Pp.** 5155–5162.
- Feret, F., and Roy, R. 2000. Alpha-alumina Formation Kinetics from Gamma-Alumina Precursor. *Journal of the American Ceramic Society*. Vol 83. No 6. **Pp.** 1421–1426.
- Fitri, Z. 2019. *Kimia Unsur Golongan Utama*. Syiah Kuala University Press. Banda Aceh. **Pp** 75.

- Gazulla, M. F., Ramírez-Del-Solar, M., and Vega, R. E. 2004. Influence of Impurities in Al_2O_3 on Phase Transitions. *Thermochimica Acta*. Vol 419. No 1. **Pp.** 69–75.
- Gates, B. C. 1992. *Catalytic Chemistry*. John Wiley & Sons. New York.
- Hanke, L. D. 2001. Materials Evaluation and Engineering Inc. Plymouth.
Handbook of Analytical Methods for Materials. **Pp.** 35 – 38.
- Hosseini, Z., Taghizadeh, M., and Yaripour, F. 2011. Synthesis Of Nanocrystalline γ - Al_2O_3 by Sol-Gel and Precipitation Methods for Methanol Dehydration to Dimethyl Ether. *Journal of Natural Gas Chemistry*. Vol 20. No 2. **Pp.**128–134.
- Irawati, U., Sunardi, dan Suraida. 2013. Sintesis dan Karakterisasi Gamma Alumina (γ - Al_2O_3) dari Kaolin Asal Tatakan, Kalimantan Selatan berdasarkan Variasi Temperatur Kalsinasi. *Molekul*. Vol 8. No 1. **Pp.** 31–42.
- Kaelble, E. F. 1967. *Handbook of X-Rays*. McGraw-Hill. New York.
- Kattumuri V. 2006. *Gold Nanoparticles for Biomedical Applications: Synthesis, Characterization, In Vitro And In Vivo Studies*. USA: Dissertation the Faculty of Graduate School. University of Missouri. Columbia.
- Khan, AK, Rasyid R, Murtaza G, and Zahra. 2014. A Gold Nanoparticles: Synthesis and Applications in Drug Delivery. *Tropical Journal of Pharmaceutical Research*. Vol 13. No 7. **Pp.** 1169-1117.
- Kharin, A.Y. 2020. Deep Learning for Scanning Electron Microscopy: Synthetic Data for the Nanoparticle's Detection. *Ultramicroscopy*.
- Kumar,R., Vishnu P. and Jasmeen S. 2013. Alumina. *International Journal of Current Engineering and Technology*. Vol 3. No 5. **Pp.** 1679-1685.
- Liu, C., Liu, Y., Ma, Q., and He, H. 2010. Mesoporous Transition Alumina with Uniform Pore Structure Synthesized by Alumisol Spray Pyrolysis. *Chemical Engineering Journal*. Vol 163. **Pp.** 133-142.
- Mohanraj, U. J, Chen, Y. 2006. Nanoparticles – A Review. *Tropical Journal of Pharmaceutical Research*. Vol 5. No 1. **Pp.** 1 561-573.

- Mishra, A. K. 2017. *Sol-gel Based Nanoceramic Materials: Preparation, Properties and Applications*. Springer International Publishing. Johannesburg.
- Noer, Z., dan Dayana, I. 2021. *Buku Material Sains*. Guepedia. Jakarta. Hal 57-58.
- Parida, K.M., Pradhan, A.C., Das, and Sahu, N. 2009. Synthesis And Characterization of Nano-Sized Porous Gamma-Alumina by Control Precipitation Method. *Mater Chem Phys*. Vol 113. **Pp.** 244–248.
- Partington. 1961. *General and in Organic Chemistry*. Third Edition. London: Macmillant and Co. Ltd.
- Paveena, L., Vittaya, A., Supapan, S., and Santi, M. 2010. Characterization and Magnetic Properties of Nanocrystalline CuFe_2O_4 , NiFe_2O_4 , ZnFe_2O_4 Powders Prepared by Aloe Vera Extract solution. *Current Applied Physics*. Vol 11. **Pp.** 101-108.
- Polropivny, V., Lohmus, R., Hussainova, I., Pokropivny, A., and Vlassov, S. 2009. *Intoduction to Nanomaterials*. University of Tartu. Estonia.
- Prins, R. 2020. On the structure of $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$. *J. Catal.* Vol 392. **Pp.** 336–346.
- Ramlan, Ginting, M, Muljadi, dan Sebayang, P. 2007. Pembuatan Keramik Beta Alumina ($\text{Na}_2\text{O-Al}_2\text{O}_3$) dengan Aditif Mgo dan Karakterisasi Sifat Fisis Serta Struktur Kristalnya. *Jurnal Fisika Himpunan Fisika Indonesia*. Vol. 7. No. 1.
- Roque-Ruiz, J. H., Cabrera-Ontiveros, E. A., González-García, G., and Reyes-López, S. Y. 2016. Thermal Degradation of Aluminum Formate Sol-gel; Synthesis of α -alumina and Characterization by ^1H , ^{13}C and ^{27}Al MAS NMR and X-ray Diffraction spectroscopy. *Results in Physics*. Vol 6. **Pp.** 1096–1102.
- Singh, K, Sharma, S, and Gangacharyulu, D. 2013. Experimental Study of Thermophysical Properties of Al_2O_3 /Water Nanofluid. *International Journal of Research in Mechanical Engineering and Technology*. Vol. 3. No. 2. **Pp** 229- 233.

- Suastiyanti, D., Mustafida, D. R., Sugianto, N. E., dan Joelianingsih. 2015. Sintesis γ - Al_2O_3 Nanopartikel Metode Sol-gel sebagai Bahan Penyangga Katalis untuk Proses Hidrogenasi Parsial Biodiesel. *Prosiding Seminar Material Metalurgi 2015*. Lembaga Ilmu Pengetahuan Indonesia. **Pp.** 271–277.
- Tabriz, H., S., A. and Nassaj, T., E. 2009. Economical Synthesis of Al_2O_3 Nanopowder using a Precipitation Method. *Material Letters*. Vol 63. No 27. **Pp.** 2274-2276.
- Tok, A.I.Y., F.Y.C. Boey., and X.L Zhao. 2006. Novel synthesis of Al_2O_3 Nanoparticles by Flame Spray Pyrolysis. *Journal of Materials Processing Technology*. Vol 178. **Pp.** 270–273.
- Vasile, B. S., Dobra, G., Iliev, S., Cotet, L., Neacsu, I. A., Surdu, V. A., Nicoara, A. I., Boiangiu, A., and Filipescu, L. 2021. Thermally Activated $\text{Al}(\text{OH})_3$ Part II—Effect of Different Thermal Treatments. *Ceramics*. Vol 4. No 4. **Pp.** 564-575.
- Wefers, K dan Misra, C. 1987. *Oxides and Hydroxides of Aluminium*. Alcoa Technical Paper No. 19. Aluminum Company of America.
- Wang, M.Q. Shen, W.L. and Wang. 2009. Synthesis and Properties of Thermostable γ -Alumina Prepared by Hydrolysis of Phosphide Aluminum. *Journal of Alloys and Compounds*. 467(1- 2). **Pp.** 405-412.
- Williams, L., and Adams, D. W. 2006. *Nanotechnology Demystified*. McGraw-Hill, New York.
- Wibowo, W. 2007. *Studi Reaksi Konversi Katalisis 2-Propanol Menggunakan Katalis dan Pendukung Katalis γ - Al_2O_3* . Bulletin of Chemical Reaction Engineering & Catalysis. Depok.
- Widodo, S. 2010. *Teknologi Sol Gel Pada Pembuatan Nano Kristalin Metal Oksida Untuk Aplikasi Sensor Gas*. Jurnal disajikan dalam Seminar Rekayasa Kimia Dan Proses. Bandung.
- Wijayaratne, H., Hyland, M., McIntosh, G., Perander, L., and Metson, J. 2018. Balancing Sodium Impurities in Alumina for Improved Properties. *Metallurgical and Materials Transactions B: Process Metallurgy and Materials Processing Science*. Vol 49. No 5. **Pp.** 2809-2820.

- Yamanovskaya, I.A., Kusova, T.V., Kraev, A.S. 2019. Formation of Mesoporous Structure in Al_2O_3 - NaAlO_2 -based Materials Produced by Template Synthesis. *J Sol-Gel Sci Technol.* Vol 92. **Pp.** 293–303.
- Yanuar, E., Zulkifli, Sarwana, W., and Ramdhani, E. P. 2018. Sintesis γ - Al_2O_3 dari Zeolit Alam Sumbawa. *Jurnal Zarah*, Vol 6. No 2. **Pp.** 59–62.
- Yoldas, B.E. 1975. Alumina Gels that form Porous Transparent Al_2O_3 . *Journal Material Science.* Vol 10. **Pp** 1856-1860.
- Zhang, Z and Pinnavaia T.J. 2002. Mesostructured γ - Al_2O_3 with a Lathlike Framework Morphology. *Journal of the American Chemical Society.* Vol. 124. No. 41. **Pp.** 12294-12301.