

**SINTESIS DAN KARAKTERISASI NANOPARTIKEL ALUMINIUM
SILIKAT Al_2SiO_5 (MULLITE) BERBASIS SILIKA
*EQUISETUM ARVENSE***

(Skripsi)

Oleh

**SRI PUTRI JELITA SIAGIAN
NPM 2117041062**



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

ABSTRAK

SINTESIS DAN KARAKTERISASI NANOPARTIKEL ALUMINIUM SILIKAT Al_2SiO_5 (MULLITE) BERBASIS SILIKA *EQUISETUM ARVENSE*

Oleh

SRI PUTRI JELITA SIAGIAN

Telah berhasil disintesis dan dikarakterisasi mullite ($\text{Al}_6\text{Si}_2\text{O}_{13}$) berbasis silika alami dari tanaman *Equisetum arvense* melalui metode sol-gel. Silika diperoleh dari hasil kalsinasi abu tanaman, sedangkan sumber aluminium berasal dari aluminium nitrat nonahidrat. Sintesis dilakukan dengan variasi rasio molar $\text{Al}_2\text{O}_3:\text{SiO}_2$ sebesar 1:1, 2:1, dan 3:1, kemudian dikalsinasi pada suhu 1000 °C. Karakterisasi dilakukan untuk mengevaluasi komposisi kimia, struktur kristal, dan morfologi hasil sintesis. Hasil analisis *X-Ray Fluorescence* (XRF) menunjukkan bahwa prekursor alumina memiliki kandungan Al_2O_3 sebesar 77,233%, mengindikasikan kemurnian tinggi. Pola difraksi *X-Ray Diffraction* (XRD) mengonfirmasi bahwa mullite rasio molar 3:1 menghasilkan fasa mullite yang paling dominan dan mullite rasio 2:1 menghasilkan fasa mullite paling kristalin. Analisis *Scanning Electron Microscopy* (SEM) menunjukkan bahwa partikel mullite mengalami aglomerasi dengan morfologi tidak beraturan pada perbesaran rendah dan menampilkan kristal berbentuk jarum (*acicular grains*) pada perbesaran tinggi. Ciri tersebut menandakan terbentuknya fase mullite dengan struktur kristal teratur, meskipun proses kalsinasi belum mencapai densifikasi penuh sehingga masih terdapat pori antarpartikel.

Kata kunci: Mullite, metode sol-gel, *Equisetum arvense*, XRF, XRD, SEM, nanopartikel.

ABSTRACT

SYNTHESIS AND CHARACTERIZATION OF ALUMINUM SILICATE Al_2SiO_5 (MULLITE) SILICA-BASED NANOPARTICLES *EQUISETUM ARVENSE*

By

SRI PUTRI JELITA SIAGIAN

Mullite ($\text{Al}_6\text{Si}_2\text{O}_{13}$) based on natural silica from *Equisetum arvense* plants has been successfully synthesized and characterized using the sol-gel method. Silica was obtained from the calcination of plant ash, while the aluminum source was non-hydrated aluminum nitrate. The synthesis was carried out with variations in the molar ratio of $\text{Al}_2\text{O}_3:\text{SiO}_2$ of 1:1, 2:1, and 3:1, then calcined at a temperature of 1000 °C. Characterization was carried out to evaluate the chemical composition, crystal structure, and morphology of the synthesis results. *X-Ray Fluorescence* (XRF) analysis showed that the alumina precursor had an Al_2O_3 content of 77.233%, indicating high purity. The *X-Ray Diffraction* (XRD) diffraction pattern confirmed that the 3:1 molar ratio mullite produced the most dominant mullite phase and the 2:1 ratio mullite produced the most crystalline mullite phase. *Scanning Electron Microscopy* (SEM) analysis shows that mullite particles agglomerate with irregular morphology at low magnification and display acicular grains at high magnification. This characteristic indicates the formation of a mullite phase with a regular crystal structure, even though the calcination process has not yet reached full densification, resulting in the presence of interparticle pores.

Keywords: Mullite, sol-gel method, *Equisetum arvense*, XRF, XRD, SEM, nanoparticles.

**SINTESIS DAN KARAKTERISASI NANOPARTIKEL ALUMINIUM
SILIKAT Al_2SiO_5 (MULLITE) BERBASIS SILIKA
*EQUISSETUM ARVENSE***

Oleh
SRI PUTRI JELITA SIAGIAN

Skripsi

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

Pada
Jurusan Fisika
Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam



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

Judul Penelitian

: **SINTESIS DAN KARAKTERISASI
NANOPARTIKEL ALUMINIUM SILIKAT
 Al_2SiO_5 (MULLITE) BERBASIS SILIKA
*EQUISETUM ARVENSE***

Nama Mahasiswa

: **Sri Putri Jesita Siagian**

Nomor Pokok Mahasiswa

: 2117041062

Jurusan

: Fisika

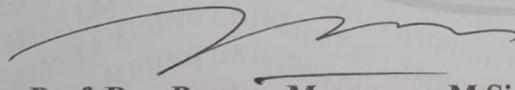
Fakultas

: Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam

MENYETUJUI

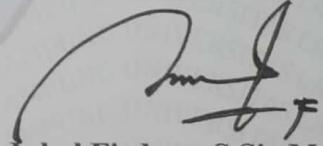
1. Komisi Pembimbing

Pembimbing 1



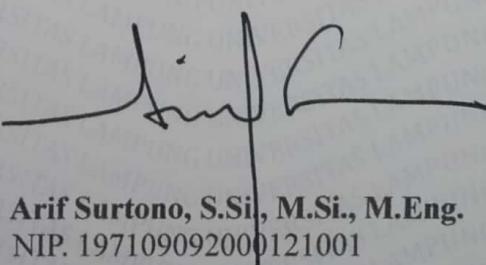
Prof. Drs. Posman Manurung, M.Si., Ph.D.
NIP. 195903081991031001

Pembimbing 2



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

2. Ketua Jurusan Fisika FMIPA

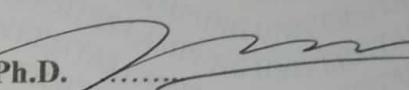


Arif Surtono, S.Si., M.Si., M.Eng.
NIP. 197109092000121001

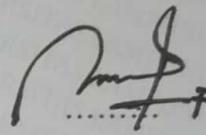
MENGESAHKAN

1. Tim Penguji

Ketua

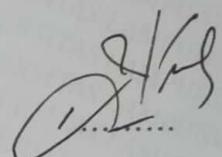
: Prof. Drs. Posman Manurung, M.Si., Ph.D. 

Sekretaris

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

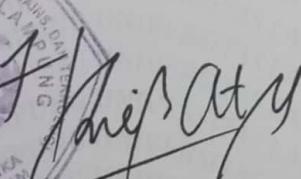
Penguji

Bukan Pembimbing

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

2. Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam



Dr. Eng. Heri Satria, S.Si., M.Si. 

NIP. 197110012005011002

Tanggal Lulus Ujian Skripsi: **12 November 2025**

PERNYATAAN

Yang bertanda tangan di bawah ini:

Nama : Sri Putri Jelita Siagian
Nomor Pokok Mahasiswa : 2117041062
Jurusan : Fisika
Fakultas : Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Perguruan Tinggi : Universitas Lampung

Menyatakan dengan sebenar-benarnya bahwa dalam skripsi saya dengan judul **“Sintesis dan Karakterisasi Nanopartikel Aluminium Silikat Al₂SiO₅ (Mullite) Berbasis Silika *Equisetum arvense*”** adalah benar hasil karya saya 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,



Sri Putri Jelita Siagian
NPM. 2117041062

RIWAYAT HIDUP



Penulis bernama lengkap Sri Putri Jelita Siagian, lahir di Garoga pada tanggal 12 September 2003. Penulis merupakan anak ketiga dari empat bersaudara, dari Bapak Patudu Siagian dan Ibu Murni Pasaribu. Penulis telah menyelesaikan pendidikan di TK Negeri Pembina Garoga pada tahun 2008, SD Negeri 173233 Garoga pada tahun 2015, SMP Negeri 1 Garoga pada tahun 2018, dan SMA Swasta Santa Maria Tarutung pada tahun 2021. Pada tahun 2021, penulis melanjutkan pendidikan ke jenjang perkuliahan dan diterima di Jurusan Fisika, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam (FMIPA), Universitas Lampung melalui jalur Seleksi Bersama Masuk Perguruan Tinggi Negeri (SBMPTN) dan mengambil konsentrasi bidang Fisika Material.

Selama menjadi mahasiswa, penulis pernah aktif dalam kegiatan organisasi maupun kepanitiaan. Penulis menjadi pengurus Himpunan Mahasiswa Fisika (HIMAFI) sebagai anggota bidang Minat dan Bakat (Minbak) pada tahun 2022. Selain itu, penulis juga mengikuti kepanitian di Unit Kegiatan Mahasiswa Kristen (UKMK) pada tahun 2022. Penulis juga aktif menjadi pengurus Persekutuan Oikumene Mahasiswa FMIPA (POM MIPA) sebagai anggota sie Persekutuan Umum pada tahun 2023-2024. Penulis juga pernah menjadi asisten praktikum mata kuliah Fisika Eksperimen pada tahun 2023-2024.

Pada tahun 2024, penulis melaksanakan Praktik Kerja Lapangan (PKL) di PT. *Southeast Asia Pipe Industries* (SEAPI) Bakauheni, Lampung Selatan dengan judul **“Analisis Uji Benturan Pada Pipa Baja Spesifikasi API 5L PSL 2 Grade BM Project PHR di PT. Southeast Asia Pipe Industries”**. Penulis juga melakukan pengabdian kepada masyarakat dalam program Kuliah Kerja Nyata (KKN) di Desa

Braja Emas, Kecamatan Way Jepara, Kabupaten Lampung Timur. Penulis melakukan penelitian tugas akhir di Laboratorium Fisika Material, Jurusan Fisika, FMIPA, Universitas Lampung dengan judul **“Sintesis dan Karakterisasi Nanopartikel Aluminium Silikat Al_2SiO_5 (Mullite) Berbasis Silika *Equisetum arvense*”**.

MOTTO

“Tuhan adalah gembalaku, takkan kekurangan aku”

Mazmur 23:1

“Karena masa depan sungguh ada, dan harapanmu tidak akan hilang”

Amsal 23:18

“Janganlah takut, sebab Aku menyertai engkau, janganlah bimbang, sebab aku ini Allahmu; Aku akan meneguhkan, bahkan akan menolong engkau; Aku akan memegang engkau dengan tangan kanan-Ku yang membawa kemenangan”

Yesaya 41:10

“Aku belajar bahwa sabar bukan menunggu tanpa resah, tapi percaya meski belum terlihat hasilnya.”

Penulis

PERSEMBAHAN

Dengan penuh rasa syukur kepada Tuhan Yang Maha Esa, kupersembahkan
skripsi ini kepada:

Kedua Orang Tuaku Tercinta

Bapak Patudu Siagian dan Ibu Murni Pasaribu

Atas segala cinta, kasih sayang, usaha, pengorbanan dan doa yang tak pernah berhenti mengiringi setiap langkahku. Terima kasih telah percaya bahwa aku bisa, bahkan saat aku meragukan diriku sendiri. Terima kasih untuk segalanya.

Kakakku, Abangku dan Adikku Tersayang

Vera Meywati, Pandu Alan Sumardi dan Friend Setia

Atas segala dukungan, semangat dan doa selama aku menyelesaikan skripsi ini. Terima kasih sudah selalu mendengarkan keluhan dan memberiku pengertian.

Almamater Tercinta

UNIVERSITAS LAMPUNG

KATA PENGANTAR

Puji syukur kepada Tuhan Yang Maha Esa, atas berkat dan anugerah-Nya sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi yang berjudul **“Sintesis dan Karakterisasi Nanopartikel Aluminium Silikat Al_2SiO_5 (Mullite) Berbasis Silika *Equisetum arvense*”**. Skripsi ini merupakan salah satu syarat untuk memperoleh gelar Sarjana Sains (S.Si.) pada bidang Material Jurusan Fisika Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Lampung.

Penulis menyadari bahwa penyajian skripsi ini masih jauh dari kata sempurna. Oleh karena itu, penulis mengharapkan kritik dan saran yang membangun dari berbagai pihak demi perbaikan dan penyempurnaan skripsi ini. Penulis berharap kedepannya skripsi ini bisa menjadi rujukan untuk penelitian selanjutnya guna memperkaya ilmu pengetahuan. Akhir kata, semoga skripsi ini bermanfaat bagi pembacanya.

Bandar Lampung, 12 November 2025

Penulis

Sri Putri Jelita Siagian

SANWACANA

Puji syukur kepada Tuhan Yang Maha Esa, atas berkat dan anugerah-Nya sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi yang berjudul **“Sintesis dan Karakterisasi Nanopartikel Aluminium Silikat Al_2SiO_5 (Mullite) Berbasis Silika *Equisetum arvense*”**. Terwujudnya skripsi ini tidak lepas dari dukungan berbagai pihak. Dengan penuh rasa hormat dan kerendahan hati, penulis mengucapkan terimakasih kepada:

1. Bapak Prof. Drs. Posman Manurung, M.Si., Ph.D., selaku dosen Pembimbing Pertama yang telah banyak memberikan bimbingan, saran, masukan, nasihat, ilmu, serta fasilitas dalam penelitian dan penulisan skripsi ini.
2. Bapak Iqbal Firdaus, S.Si., M.Si., selaku dosen Pembimbing Kedua sekaligus sebagai dosen Pembimbing Akademik yang telah memberikan bimbingan, saran, masukan, dan ilmu dalam penulisan skripsi ini.
3. Ibu Dra. Dwi Asmi, M.Si., Ph.D., selaku dosen Penguji yang telah memberikan koreksi serta masukan dalam penulisan skripsi ini.
4. Bapak Arif Surtono, S.Si., M.Si., M.Eng., selaku Ketua Jurusan Fisika FMIPA Universitas Lampung.
5. Seluruh dosen Fisika FMIPA Universitas Lampung yang telah memberikan ilmu kepada penulis selama menempuh studi di Universitas Lampung.
6. Staf administrasi Jurusan Fisika FMIPA Universitas Lampung yang telah membantu penulis dalam urusan administrasi..
7. Kedua orang tua penulis, Bapak Patudu Siagian dan Ibu Murni Pasaribu yang selalu memberikan doa, semangat dan dukungan kepada penulis.
8. Kakak Vera, Abang Pandu dan Adek Friend yang selalu memberikan dukungan dan semangat kepada penulis.

9. Febriyanti Angelina dan Azura Khoiruniza, selaku teman penelitian penulis. Terimakasih untuk semua kerjasama dan semangat yang tidak pernah berhenti selama proses penelitian dan penulisan skripsi ini.
10. Teman-teman Cemungut Ea yang membersamai selama proses perkuliahan.
11. Teman-teman seangkatan Fisika 2021, terima kasih atas kebersamaan dan telah menjadi bagian dari perjalanan panjang selama proses perkuliahan.
12. Galis, Hitam dan Mopi yang selalu menjadi penghibur penulis di kala sedang merasa sedih dan gagal dalam penelitian, serta selalu menjadi sumber tawa dan bahagia penulis dari jarak jauh.
13. Pujelsi, terimakasih sudah berusaha sebaik mungkin, belajar dari kegagalan dan tidak berhenti mencoba. Terima kasih untuk tetap bertahan, bangkit dan berproses hingga akhirnya bisa menyelesaikan skripsi dan menyelesaikan perkuliahan hingga selesai.

Akhir kata, penulis berharap Tuhan Yang Maha Esa membala segala kebaikan dengan berkat yang melimpah di setiap harinya.

Bandar Lampung, 12 November 2025
Penulis

Sri Putri Jelita Siagian

DAFTAR ISI

	Halaman
DAFTAR GAMBAR	v
DAFTAR TABEL	vi
I. PENDAHULUAN	
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Rumusan Masalah	4
1.3 Tujuan Penelitian	5
1.4 Batasan Masalah	5
1.5 Manfaat Penelitian	5
II. TINJAUAN PUSTAKA	
2.1 Nanopartikel dan Material Keramik	6
2.2 Aluminium Oksida (Al_2O_3)	7
2.3 Mullite ($Al_6Si_2O_{13}$)	10
2.4 Metode Sol-Gel	12
2.5 Silika dari Tanaman <i>Equisetum arvense</i>	14
2.6 Karakterisasi Nanomaterial	15
2.6.1 <i>X-Ray Fluorescence</i> (XRF)	15
2.6.2 <i>X-Ray Diffraction</i> (XRD)	16
2.6.3 <i>Scanning Electron Microscopy</i> (SEM)	19
III. METODE PENELITIAN	
3.1 Waktu dan Tempat	21
3.2 Alat dan Bahan	21
3.2.1 Alat-alat Penelitian	21
3.2.2 Bahan-bahan Penelitian	21
3.3 Prosedur Penelitian	22
3.3.1 Preparasi dan Karakterisasi Silika dari Tanaman <i>Equisetum arvense</i>	22
3.3.2 Sintesis Al_2O_3 (Alumina)	23
3.3.3 Sintesis Komposit $Al_6Si_2O_{13}$ (Mullite)	25
3.5 Diagram Alir	26
IV. HASIL DAN PEMBAHASAN	
4.1 Analisis XRF Alumina Sebelum Kalsinasi	29
4.2 Hasil Analisis Kulitatif XRD	30
4.2.1 Sampel a (Al_2O_3 Murni)	31

4.2.2 Sampel b ($\text{Al}_2\text{O}_3/\text{SiO}_2 = 1:1$)	32
4.2.3 Sampel c ($\text{Al}_2\text{O}_3/\text{SiO}_2 = 2:1$).....	32
4.2.4 Sampel d ($\text{Al}_2\text{O}_3/\text{SiO}_2 = 3:1$)	32
4.2.5 Identifikasi Fasa Kristalin Berdasarkan Analisis Kualitatif XRD.....	33
4.2.6 Analisis Ukuran Partikel	39
4.3 Hasil Analisis Kuantitatif dengan Metode Rietveld	42
4.3.1 Alumina (Al_2O_3)	42
4.3.2 Mullite Rasio Molar 1:1	43
4.3.3 Mullite Rasio Molar 2:1	45
4.3.4 Mullite Rasio Molar 3:1	46
4.4 Hasil Analisis SEM.....	47
V. KESIMPULAN DAN SARAN	
5.1 Kesimpulan	51
5.2 Saran	51
DAFTAR PUSTAKA.....	52
LAMPIRAN.....	57

DAFTAR GAMBAR

Gambar	Halaman
1. Diagram transformasi fasa (Wefers and Mirsa, 1987).....	8
2. Struktur kristal alumina (Al_2O_3) (biru=Al, kuning=O).....	9
3. Struktur kristal mullite ($\text{Al}_6\text{Si}_2\text{O}_{13}$) (ungu=Al, coklat=Si, merah=O).....	12
4. XRD dengan komposisi mullite (★: η -alumina, ◆: γ -alumina, ▼: mullite) (Scolz <i>et al.</i> , 2020).....	19
5. SEM mullite (Choo <i>et al.</i> , 2019).....	20
6. Skema proses sintesis alumina.....	24
7. Skema proses sintesis komposit mullite.....	26
8. Diagram alir sintesis alumina (Al_2O_3).....	27
9. Diagram alir sintesis mullite ($\text{Al}_6\text{Si}_2\text{O}_{13}$).....	28
10. Pola Difraksi Sinar-X (XRD) dengan sampel (a) alumina; sampel mullite dengan variasi rasio molar (b) $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{SiO}_2 = 1:1$; (c) $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{SiO}_2 = 2:1$ dan (d) $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{SiO}_2 = 3:1$	31
11. Analisis kuantitatif alumina.....	42
12. Analisis kuantitatif mullite rasio 1:1.....	44
13. Analisis kuantitatif mullite rasio 2:1.....	45
14. Analisis kuantitatif mullite rasio 3:1.....	46
15. Analisis SEM mullite rasio 3:1, dengan perbesaran a=500 \times dan b=5000 \times	47

DAFTAR TABEL

Tabel	Halaman
1. Data XRF Komposisi Kimia Bahan Baku Pembentuk Mullite.....	16
2. Hasil Pengujian XRF Alumina Sebelum Kalsinasi.....	29
3. Hasil Perbandingan Data Observasi Alumina.....	34
4. Hasil Perbandingan Data Observasi Mullite Rasio Molar 1:1.....	36
5. Hasil Perbandingan Data Observasi Mullite Rasio Molar 2:1.....	37
6. Hasil Perbandingan Data Observasi Mullite Rasio Molar 3:1.....	38
7. Ukuran Partikel	40

I. PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Mullite ($\text{Al}_6\text{Si}_2\text{O}_{13}$) merupakan senyawa keramik oksida yang banyak mendapat perhatian dalam bidang ilmu material karena memiliki kombinasi sifat termal dan mekanik yang sangat baik, yang menjadikannya sebagai salah satu material unggulan dalam aplikasi suhu tinggi dan lingkungan ekstrem. Karakteristik unggulan dari mullite antara lain adalah konduktivitas panas yang rendah, koefisien muai termal yang kecil, serta ketahanan terhadap suhu tinggi dan lingkungan kimia yang korosif. Sifat-sifat ini sangat penting dalam mempertahankan kestabilan struktural dan kinerja mekanik suatu material ketika digunakan dalam kondisi operasi yang ekstrem dan terus-menerus. Kemampuan mullite tersebut menjadikannya sangat ideal untuk diterapkan pada berbagai industri, khususnya pada industri yang memerlukan stabilitas termal tinggi dan ketahanan aus, seperti industri refraktori, pelapis pelindung termal (*thermal barrier coating*), isolator listrik suhu tinggi, serta sebagai komponen struktural dalam sistem pembakaran dan turbin gas (Schneider *et al.*, 2015). Namun, karena mullite sangat jarang ditemukan di alam secara alami dalam jumlah besar dan dengan kemurnian tinggi, maka pendekatan sintesis melalui rekayasa kimia menjadi jalur yang paling memungkinkan untuk memenuhi kebutuhan aplikatif mullite dalam skala industri maupun penelitian lanjutan.

Proses sintesis mullite umumnya dilakukan melalui jalur reaksi antara Al_2O_3 dan SiO_2 dengan rasio mol tertentu yang dikalsinasi pada suhu tinggi. Salah satu metode sintesis yang sangat potensial dan banyak dikembangkan adalah metode sol-gel. Metode ini dikenal mampu menghasilkan material dengan kemurnian tinggi, distribusi ukuran partikel yang seragam, serta homogenitas komposisi yang baik

dalam skala nano (Fernandez-Gonzalez *et al.*, 2012). Proses sol-gel melibatkan tahapan-tahapan kimia mulai dari pembentukan sol koloid melalui pelarutan prekursor anorganik ke dalam pelarut, diikuti oleh proses gelasi, pengeringan, dan akhirnya kalsinasi untuk memperoleh padatan kristalin. Keunggulan metode ini tidak hanya pada efisiensi suhu reaksi yang relatif lebih rendah dibandingkan metode konvensional, tetapi juga pada kemampuannya dalam mengatur morfologi dan struktur mikro material secara presisi, sehingga dapat mempercepat pembentukan fasa mullite yang stabil dan murni dengan ukuran kristalit yang terkendali (Menu *et al.*, 2018).

Dalam penelitian ini, sumber silika yang digunakan tidak berasal dari pasir kuarsa ataupun bahan kimia sintetis, melainkan dari tanaman lokal *Equisetum arvense* (paku ekor kuda). Tanaman ini dikenal sebagai hiper-akumulator silika karena mampu menyerap dan mengendapkan silika dalam jumlah yang sangat tinggi di jaringan tubuhnya, khususnya pada batang dan ruas-ruasnya. Studi klasik menunjukkan bahwa silika pada tanaman ini umumnya tersimpan dalam bentuk amorf dan terdistribusi merata di dinding sel dan potensial sebagai sumber material berbasis silika (Currie dan Perry, 2007). Bahkan, *Equisetum* dapat menumpuk silika dalam jumlah yang jauh lebih besar dibandingkan sebagian besar tanaman lain, sehingga sering digunakan sebagai model biologis untuk memahami mekanisme akumulasi silika (Epstein, 1994). Menurut penelitian oleh Law dan Exley (2011) deposisi silika pada *Equisetum* terjadi melalui mekanisme biologis yang sangat teratur, dengan silika diendapkan pada dinding sel dalam bentuk fitolit amorf yang berperan penting dalam kekuatan struktural serta perlindungan tanaman. Temuan ini memperkuat alasan bahwa *Equisetum arvense* bukan hanya sumber silika dengan kandungan tinggi, tetapi juga memiliki keunggulan morfologi partikel silika yang reaktif dan sesuai untuk aplikasi material maju. Kandungan silika amorf yang tinggi serta sifatnya yang relatif mudah diekstraksi menjadikan *Equisetum arvense* menarik untuk dikembangkan sebagai bahan baku alternatif dalam sintesis keramik dan material fungsional (Carneiro *et al.*, 2015).

Untuk melengkapi prekursor silika yang diperoleh dari *Equisetum arvense*, digunakan aluminium nitrat non-anhidrat $[(\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O})]$ sebagai sumber

aluminium dalam sintesis mullite. Prekursor ini dipilih karena memiliki kelarutan tinggi dalam air, sehingga mudah dihomogenisasi dalam sistem sol-gel serta menunjukkan reaktivitas yang baik terhadap prekursor silika. Dalam proses sintesis ini, aluminium nitrat dan silika dari *Equisetum arvense* dicampurkan dalam rasio molar tertentu untuk menghasilkan sistem sol yang stabil, kemudian dilakukan proses gelasi, pengeringan, dan kalsinasi. Sintesis dilakukan dengan memvariasikan rasio molar $\text{Al}_2\text{O}_3:\text{SiO}_2$ sebagai parameter untuk mengkaji pengaruh komposisi terhadap pembentukan fasa mullite. Hasil akhir dari proses sintesis ini kemudian dikarakterisasi secara menyeluruh untuk mengevaluasi keberhasilan pembentukan mullite dari segi komposisi, struktur kristal, dan morfologi partikel melalui analisis yang jelas dan sistematis (Spyrka *et al.*, 2020).

Karakterisasi awal dilakukan dengan menggunakan *X-Ray Fluorescence* (XRF) yang berfungsi untuk mengetahui komposisi unsur kimia dalam bahan baku yang digunakan, yaitu abu hasil ekstrak silika dari *Equisetum arvense* dan larutan aluminium nitrat. Analisis ini penting untuk memastikan bahwa kandungan utama dalam sistem adalah Si dan Al dalam jumlah yang sesuai, serta untuk menghitung ulang rasio molar $\text{Al}_2\text{O}_3:\text{SiO}_2$ secara akurat sebelum sintesis dilakukan. Selain itu, XRF juga membantu mengidentifikasi adanya unsur pengotor yang mungkin memengaruhi kestabilan fasa mullite yang akan dibentuk. Kesalahan rasio atau keberadaan unsur lain dapat menyebabkan pembentukan fasa sekunder seperti korundum atau silika bebas yang tidak diinginkan dalam struktur mullite pada material tersebut (Pingak *et al.*, 2018).

Setelah proses sintesis dan kalsinasi dilakukan, digunakan *X-Ray Diffraction* (XRD) sebagai teknik karakterisasi utama untuk mengidentifikasi struktur kristal dan fasa-fasa yang terbentuk dalam hasil padatan. Dengan menggunakan XRD, pola difraksi sinar-X dari sampel dapat dibandingkan dengan pola referensi standar untuk menentukan apakah mullite telah terbentuk sebagai fasa utama, dan apakah terdapat sisa fasa alumina atau silika bebas. XRD juga memungkinkan perhitungan parameter kristal seperti ukuran kristalit, sudut puncak utama, serta tingkat kristalinitas yang berperan untuk menentukan performa material (Liza *et al.*, 2018).

Selanjutnya, dilakukan karakterisasi menggunakan *Scanning Electron Microscopy* (SEM) yang bertujuan untuk mengamati morfologi permukaan, ukuran, dan distribusi partikel dari hasil sintesis. SEM memberikan citra beresolusi tinggi yang dapat menunjukkan struktur permukaan partikel secara detail, apakah partikel membentuk aglomerasi, apakah memiliki bentuk seragam, serta bagaimana tingkat kekasaran permukaannya. Informasi morfologi ini sangat penting untuk mendukung data XRD, karena hubungan antara struktur kristal dan bentuk partikel akan sangat memengaruhi sifat mekanik dan termal dari mullite yang dihasilkan (Azhari dan Aziz, 2016). Kombinasi karakterisasi XRF, XRD, dan SEM memberikan pemahaman yang menyeluruh terhadap struktur dan kualitas material hasil sintesis.

Penelitian ini menjadi penting karena hingga saat ini belum banyak kajian yang secara spesifik mengeksplorasi sintesis mullite menggunakan sumber silika dari *Equisetum arvense*, terutama dengan pendekatan sol-gel yang terintegrasi dengan karakterisasi komprehensif. Mayoritas penelitian terdahulu masih menggunakan sumber silika konvensional seperti pasir kuarsa, sekam padi, atau *fly ash* yang secara ekologis lebih terbatas dan tidak sepenuhnya terbarukan. Oleh karena itu, penelitian ini diharapkan dapat memberikan kontribusi ilmiah yang signifikan dalam pengembangan material keramik mullite yang tidak hanya memiliki performa tinggi, tetapi juga berasal dari sumber lokal yang melimpah, murah, serta ramah lingkungan.

1.2 Rumusan Masalah

Rumusan masalah pada penelitian ini yaitu:

1. Bagaimana proses sintesis mullite ($\text{Al}_6\text{Si}_2\text{O}_{13}$) dilakukan menggunakan prekursor silika dari *Equisetum arvense* dan aluminium nitrat melalui metode sol-gel?
2. Bagaimana komposisi unsur bahan baku berdasarkan hasil XRF?
3. Bagaimana struktur kristal dan fasa mullite dari hasil sintesis berdasarkan hasil XRD terhadap variasi rasio molar $\text{Al}_2\text{O}_3:\text{SiO}_2$?
4. Bagaimana morfologi mullite berdasarkan hasil SEM?

1.3 Tujuan Penelitian

Tujuan dari penelitian ini, yaitu:

1. Melakukan sintesis mullite dari silika *Equisetum arvense* dan aluminium nitrat menggunakan metode sol-gel.
2. Menentukan komposisi unsur bahan baku alumina (Al_2O_3) melalui XRF.
3. Menganalisis struktur kristal hasil sintesis mullite dengan XRD.
4. Mengamati morfologi mullite menggunakan SEM.

1.4 Batasan Masalah

Batasan masalah pada penelitian ini yaitu:

1. Silika yang digunakan berasal dari tanaman *Equisetum arvense* yang telah dikalsinasi.
2. Prekusor aluminium yang digunakan dalam sintesis adalah aluminium nitrat ($Al(NO_3)_3 \cdot 9H_2O$).
3. Proses sintesis mullite menggunakan metode sol-gel dengan rasio molar $Al_2O_3:SiO_2$ yaitu 1:1, 2:1 dan 3:1.
4. Kalsinasi dilakukan pada satu suhu tetap yaitu suhu 1000 °C.
5. Karakterisasi yang digunakan adalah XRF, XRD dan SEM.
6. Penelitian tidak mencakup uji sifat mekanik atau termal.

1.5 Manfaat Penelitian

Manfaat penelitian ini yaitu:

1. Dapat memberikan informasi mengenai prosedur sintesis mullite ($Al_6Si_2O_{13}$) melalui metode sol-gel dengan menggunakan silika dari *Equisetum arvense* dan aluminium nitrat sebagai prekursor.
2. Dapat menyajikan data komposisi unsur kimia dari bahan awal yang digunakan dalam sintesis, berdasarkan hasil karakterisasi XRF.
3. Dapat memberikan gambaran struktur kristal dan fasa mullite hasil sintesis berdasarkan hasil analisis XRD.
4. Dapat menyediakan data morfologi hasil sintesis mullite melalui pengamatan menggunakan SEM, sebagai dasar evaluasi karakter material.

II. TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Nanopartikel dan Material Keramik

Nanopartikel adalah partikel padat yang memiliki ukuran di bawah 100 nanometer, baik dalam satu, dua, atau ketiga dimensi spasialnya. Ukuran yang sangat kecil ini membuat nanopartikel memiliki sifat unik yang tidak dijumpai pada material bulk, seperti peningkatan luas permukaan spesifik, efek kuantum, dan dominasi sifat antarmuka (Daniel dan Astruc, 2004). Ketika ukuran partikel menurun ke skala nanometer, perubahan drastis dapat terjadi dalam konduktivitas termal, kekuatan mekanik, dan aktivitas permukaan yang menjadikan nanopartikel sebagai bahan strategis dalam pengembangan teknologi maju di berbagai bidang seperti sensor, fotokatalis, sistem penyimpanan energi, dan material struktur suhu tinggi (Cao, 2004).

Dalam konteks material keramik, pemanfaatan nanopartikel bertujuan untuk mengatasi keterbatasan tradisional bahan keramik seperti kerapuhan dan temperatur sintering yang tinggi. Nanopartikel keramik mampu mempercepat proses sintering pada suhu lebih rendah, menghasilkan mikrostruktur yang lebih rapat, serta meningkatkan kekerasan dan ketahanan aus. Selain itu, pengendalian ukuran dan distribusi partikel pada skala nano memungkinkan pembentukan fase kristal yang lebih seragam, yang sangat berpengaruh terhadap stabilitas fasa, sifat mekanik serta berbagai sifat fungsional lainnya yang sangat diperlukan dalam pengembangan material keramik berkualitas tinggi (Suryanarayana, 1995).

Keramik nanopartikel yang paling banyak diteliti mencakup aluminium oksida (Al_2O_3), silika (SiO_2), zirconia (ZrO_2), dan mullite ($\text{Al}_6\text{Si}_2\text{O}_{13}$). Aluminium oksida sebagai salah satu oksida logam paling stabil digunakan secara luas dalam bidang abrasif, refraktori, dan elektronik karena memiliki kekerasan tinggi, kestabilan kimia, dan titik leleh yang sangat tinggi. Sementara itu, mullite dikenal memiliki stabilitas termal luar biasa, konduktivitas panas rendah, serta ketahanan terhadap perubahan fasa pada suhu tinggi, sehingga sangat cocok untuk digunakan sebagai pelapis pelindung panas (*thermal barrier coatings*) dan bahan struktur dalam lingkungan ekstrem (Schneider *et al.*, 2015).

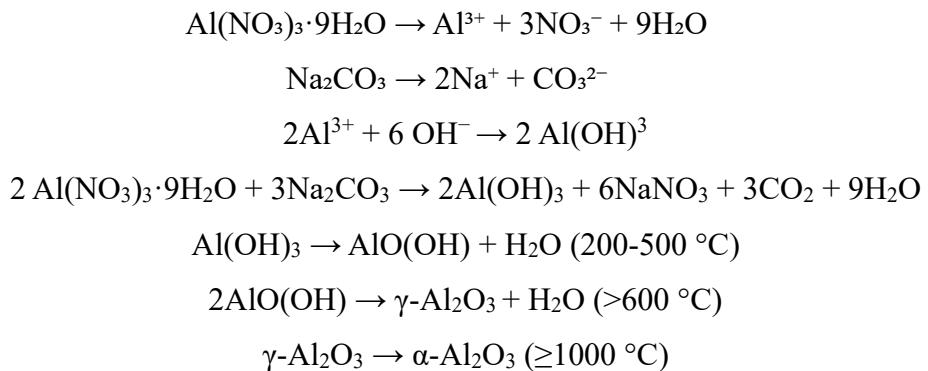
Dalam penelitian ini, sintesis mullite dan alumina dilakukan dalam bentuk nanopartikel menggunakan metode sol-gel, dengan tujuan utama memperoleh morfologi partikel yang seragam, ukuran kristal kecil, dan fase kristalin murni. Skala partikel yang kecil memungkinkan peningkatan kontak antarpartikel selama kalsinasi, sehingga reaksi fasa padat dapat berlangsung lebih efisien. Hal ini mendukung pembentukan fasa mullite yang stabil tanpa memerlukan suhu yang terlalu tinggi, serta menghasilkan material dengan performa termal dan struktural yang lebih baik. Oleh karena itu, pendekatan nanopartikel menjadi bagian penting dalam rekayasa material keramik berbasis aluminosilikat modern.

2.2 Aluminium Oksida (Al_2O_3)

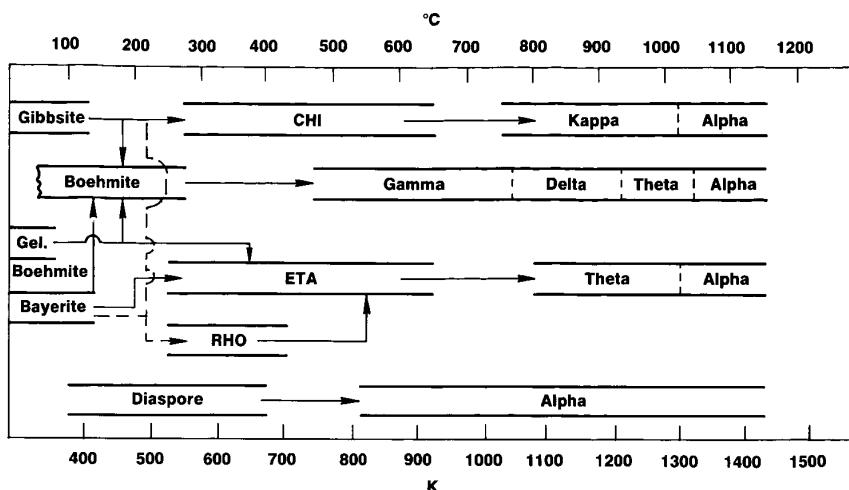
Aluminium oksida (Al_2O_3), atau alumina, merupakan salah satu senyawa oksida logam yang paling banyak digunakan dalam industri maupun penelitian material. Al_2O_3 dikenal memiliki kestabilan termal tinggi, titik leleh sekitar $2050\text{ }^\circ\text{C}$, kekerasan mendekati 9 pada skala Mohs, serta ketahanan yang sangat baik terhadap lingkungan korosif dan suhu ekstrem (Li dan Zhang, 2018). Karena sifat-sifat tersebut, alumina banyak dimanfaatkan sebagai bahan refraktori, pelapis pelindung suhu tinggi, substrat elektronik, serta komponen struktural dalam aplikasi keramik teknik (Ryu *et al.*, 2002).

Proses pembentukan alumina (Al_2O_3) dari aluminium nitrat nonahidrat ($\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$) dan natrium karbonat (Na_2CO_3) melibatkan serangkaian reaksi

kimia yang berlangsung secara bertahap. Dimulai dari disosiasi masing-masing reaktan dalam larutan, diikuti reaksi presipitasi aluminium hidroksida sebagai prekursor utama, hingga proses kalsinasi yang mengubah endapan tersebut menjadi fasa alumina. Rangkaian reaksi tersebut dapat dituliskan sebagai berikut.



Struktur kristal Al_2O_3 terdiri dari beberapa bentuk polimorfik, seperti α Al_2O_3 (korundum), γ Al_2O_3 , δ Al_2O_3 , dan η Al_2O_3 . Dari semua bentuk tersebut, α Al_2O_3 merupakan bentuk yang paling stabil secara termodinamika dan biasa terbentuk pada suhu kalsinasi di atas 1000 °C. Sementara itu, bentuk metastabil seperti γ Al_2O_3 dapat muncul pada suhu 400–800 °C dan memiliki luas permukaan yang tinggi, sehingga sering digunakan sebagai katalis atau pendukung katalis dalam reaksi heterogen (Santos *et al.*, 2020). Transformasi dari fasa metastabil menuju α Al_2O_3 merupakan proses penting yang memengaruhi karakter akhir material keramik. Berikut ditunjukkan diagram transformasi fasa gibbsite ($\text{Al}(\text{OH})_3$) menjadi α Al_2O_3 pada **Gambar 2.1**.



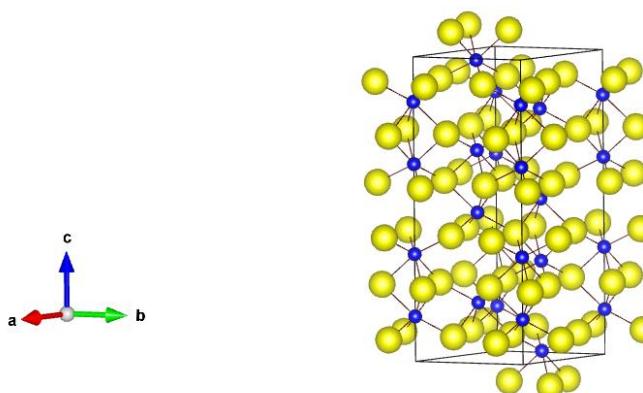
Gambar 2.1 Diagram Transformasi Fasa (Wefers and Mirsa, 1987)

Dalam sintesis mullite, Al_2O_3 berfungsi sebagai sumber utama ion aluminium (Al^{3+}) yang bereaksi dengan silika (SiO_2) untuk membentuk struktur mullite (Al_2SiO_5). Kualitas dan ukuran partikel Al_2O_3 sangat mempengaruhi efisiensi reaksi serta pembentukan fasa mullite yang stabil. Jika Al_2O_3 memiliki ukuran partikel yang kecil dan kemurnian tinggi, maka proses difusi ion dan interaksi kimia selama kalsinasi menjadi lebih optimal (Schneider *et al.*, 2015).

Salah satu dari empat varian sampel dalam penelitian ini terdiri atas Al_2O_3 murni tanpa penambahan silika. Sampel ini digunakan sebagai referensi untuk membandingkan karakter struktur kristal, morfologi, dan ukuran partikel dengan tiga sampel lainnya yang mengandung rasio molar $\text{Al}_2\text{O}_3:\text{SiO}_2$ berbeda. Evaluasi terhadap alumina murni ini menjadi dasar interpretasi terhadap keberhasilan pembentukan mullite.

Selain itu, pendekatan sintesis Al_2O_3 dalam bentuk nanopartikel memiliki keuntungan signifikan. Ukuran partikel yang kecil meningkatkan luas permukaan spesifik, mempercepat sintering, serta memungkinkan pembentukan mikrostruktur yang lebih rapat dan seragam. Hal ini penting dalam pengembangan material keramik berkinerja tinggi, terutama jika digunakan sebagai prekursor dalam sintesis mullite (Li dan Zhang, 2018).

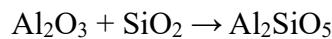
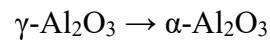
Visualisasi struktur kristal alumina bentuk trigonal dari (COD: 10000017.cif) ditampilkan pada **Gambar 2.2** yang dibuat menggunakan software VESTA.



Gambar 2.2 Struktur Kristal Alumina (Al_2O_3) (biru=Al, kuning=O)

2.3 Mullite ($\text{Al}_6\text{Si}_2\text{O}_{13}$)

Mullite ($\text{Al}_6\text{Si}_2\text{O}_{13}$) adalah keramik aluminosilikat yang memiliki struktur kristal orthorhombik dan dikenal sebagai salah satu material keramik suhu tinggi yang paling stabil. Senyawa ini terdiri dari unit AlO_6 dan SiO_4 yang tersusun dalam jaringan tiga dimensi, sehingga menghasilkan sifat fisis dan kimia yang sangat unggul, seperti ketahanan terhadap suhu tinggi, konduktivitas termal rendah, stabilitas fasa yang tinggi, serta resistensi terhadap korosi kimia dan kejutan termal (Schneider *et al.*, 2015). Karena sifat-sifat tersebut, mullite banyak diaplikasikan dalam berbagai bidang industri seperti bahan refraktori, pelapis pelindung termal (*thermal barrier coatings*), isolator listrik suhu tinggi, serta komponen dalam mesin pembakaran dan turbin gas (Fernandez-Garcia *et al.*, 2019). Selama proses sintesis, terjadi rangkaian reaksi kimia yang mencakup dehidrasi dan transformasi fase alumina, diikuti oleh reaksi padat-padat antara alumina dan silika pada temperatur tinggi. Mekanisme tersebut ditunjukkan pada persamaan reaksi berikut.



Fasa mullite sangat jarang ditemukan di alam dan hanya terbentuk secara alami dalam kondisi geologi ekstrem, seperti di batuan metamorf suhu sangat tinggi. Oleh karena itu, pembentukan mullite secara sintetik telah menjadi fokus utama dalam pengembangan material keramik teknik. Mullite dapat disintesis melalui berbagai metode, seperti reaksi fasa padat, metode sol-gel, pembakaran *self-propagating high-temperature synthesis* (SHS), metode hidrotermal, dan metode pembekuan cepat (*freeze-casting*) (Cividanes *et al.*, 2010). Di antara metode tersebut, metode sol-gel merupakan salah satu pendekatan yang paling diminati karena kemampuannya dalam menciptakan dispersi prekursor yang homogen, kontrol komposisi yang presisi, dan pembentukan fasa kristalin pada suhu relatif lebih rendah.

Dalam proses sintesis mullite, rasio molar Al_2O_3 terhadap SiO_2 menjadi parameter utama yang menentukan fasa akhir yang terbentuk. Fasa mullite biasanya terbentuk pada rasio molar $\text{Al}_2\text{O}_3:\text{SiO}_2$ antara 3:2 (72 wt% Al_2O_3 dan 28 wt% SiO_2), yang

menghasilkan fasa mullite stoikiometrik (Madhusudhan *et al.*, 2014). Rasio di luar rentang tersebut dapat menyebabkan terbentuknya fasa residu, seperti korundum (α -Al₂O₃) jika kandungan Al₂O₃ berlebih atau silika amorf/kristobalit jika kandungan SiO₂ berlebih. Selain komposisi, suhu dan waktu kalsinasi juga sangat memengaruhi perkembangan kristalinitas mullite, di mana suhu ≥ 1000 °C umumnya diperlukan untuk inisiasi pembentukan fasa mullite.

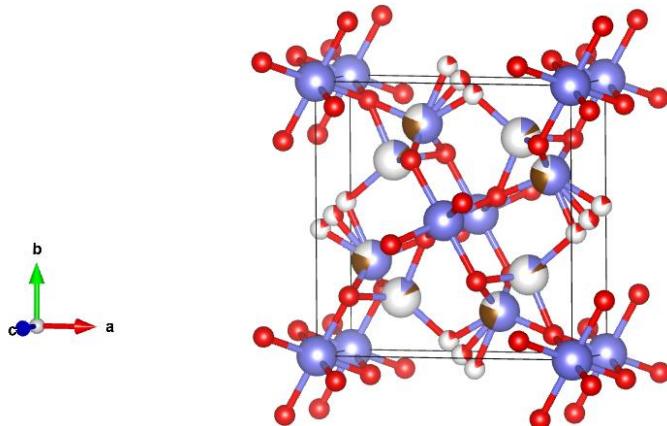
Dalam penelitian ini, mullite disintesis dari campuran aluminium nitrat dan silika alami hasil ekstrak tanaman *Equisetum arvense*, menggunakan metode sol-gel. Tanaman tersebut dipilih karena kandungan silikanya yang tinggi dan mudah diperoleh secara lokal. Silika hasil ekstrak dikombinasikan dengan larutan aluminium nitrat pada beberapa rasio molar untuk membentuk gel homogen. Setelah proses pengeringan, gel dikalsinasi untuk memungkinkan terjadinya reaksi antara Al dan Si yang membentuk fasa mullite. Tiga variasi rasio molar Al₂O₃:SiO₂ yang digunakan dalam penelitian ini bertujuan untuk mengetahui rasio paling optimal dalam membentuk kristal mullite yang murni dan stabil.

Penggunaan metode sol-gel dalam sintesis mullite menawarkan sejumlah keuntungan dibandingkan metode konvensional. Selain memungkinkan pencampuran prekursor pada tingkat molekuler, metode ini juga mampu menghasilkan nanopartikel dengan ukuran kecil, distribusi ukuran yang sempit, dan permukaan yang lebih reaktif (Cao, 2004). Hal ini penting untuk mendukung pertumbuhan kristal mullite secara merata dan menghindari terbentuknya fasa pengotor. Selain itu, sol-gel dapat menurunkan suhu sintesis hingga ~ 1000 °C, lebih rendah dibandingkan metode reaksi fasa padat yang biasanya memerlukan suhu ≥ 1400 °C untuk pembentukan fasa mullite (Cividanes *et al.*, 2010).

Mullite dalam bentuk nanopartikel memiliki potensi aplikatif yang sangat tinggi. Dengan ukuran partikel yang kecil dan kristalinitas tinggi, mullite dapat digunakan sebagai pelapis suhu tinggi yang efisien karena memberikan perlindungan terhadap oksidasi dan perubahan suhu ekstrem. Selain itu, mullite nano juga banyak dikembangkan sebagai penguat dalam komposit keramik, bahan isolator pada perangkat elektronik suhu tinggi, serta digunakan dalam teknologi membran untuk

pemurnian gas karena kestabilan kimianya (Fernandez-Garcia *et al.*, 2019). Dengan demikian, sintesis mullite dari bahan alam seperti silika *Equisetum arvense* tidak hanya menawarkan pendekatan alternatif yang murah dan berkelanjutan, tetapi juga mendukung pengembangan material fungsional dengan performa tinggi di masa depan.

Visualisasi struktur kristal $\text{Al}_6\text{Si}_2\text{O}_{13}$ bentuk Orthorombik dari (COD: 9001037. cif) ditampilkan pada **Gambar 2.3** yang dibuat menggunakan software VESTA.



Gambar 2.3 Struktur Kristal Mullite ($\text{Al}_6\text{Si}_2\text{O}_{13}$) (ungu=Al, coklat=Si, merah=O)

2.4 Metode Sol-Gel

Metode sol-gel merupakan salah satu pendekatan kimia basah yang digunakan secara luas dalam sintesis material keramik dan gelas, terutama untuk menghasilkan material berstruktur nano dengan kontrol komposisi dan mikrostruktur yang baik. Proses ini melibatkan transformasi prekursor dalam bentuk larutan homogen (sol) menjadi struktur jaringan padat (gel), yang kemudian dikeringkan dan dikalsinasi untuk membentuk padatan kristalin (Brinker dan Scherer, 2013). Proses ini sangat fleksibel dan dapat disesuaikan untuk menghasilkan berbagai bentuk material seperti film tipis, serbuk, monolit, maupun serat.

Secara umum, tahap awal dalam metode sol-gel dimulai dengan pencampuran prekursor logam (biasanya berupa garam atau alkoksida logam) dengan pelarut dan bahan pembentuk gel seperti air, alkohol, atau basa. Hidrolisis dan kondensasi kemudian terjadi, menghasilkan partikel koloid halus yang saling berinteraksi

membentuk jaringan tiga dimensi. Fase gel yang terbentuk kemudian dikeringkan untuk menghilangkan pelarut, dan tahap terakhir adalah kalsinasi untuk mengubah struktur amorf menjadi kristal yang stabil (Cao, 2004).

Keunggulan utama metode ini dibandingkan metode konvensional seperti reaksi fasa padat adalah homogenitas campuran kimia yang lebih tinggi. Karena prekursor dicampur dalam fase larutan, reaksi kimia terjadi secara merata bahkan pada tingkat atomik, sehingga menghasilkan produk akhir yang lebih murni dan dengan ukuran partikel yang lebih kecil. Selain itu, metode ini memungkinkan sintesis material pada suhu yang relatif lebih rendah, menghemat energi dan mengurangi kemungkinan terbentuknya fasa pengotor (Cividanes *et al.*, 2010).

Dalam penelitian ini, metode sol-gel diterapkan untuk dua jenis sintesis: pertama, sintesis Al_2O_3 dari larutan aluminium nitrat dan natrium karbonat; kedua, sintesis mullite (Al_2SiO_5) dari campuran aluminium nitrat dan silika hasil ekstrak tanaman *Equisetum arvense*. Untuk sintesis Al_2O_3 , reaksi antara $\text{Al}(\text{NO}_3)_3$ dan Na_2CO_3 menghasilkan endapan aluminium hidroksida ($\text{Al}(\text{OH})_3$), yang setelah dikalsinasi menghasilkan Al_2O_3 (Ryu *et al.*, 2002). Proses ini merupakan salah satu bentuk aplikasi metode sol-gel berbasis presipitasi anorganik yang sederhana dan efektif.

Untuk sintesis mullite, metode sol-gel digunakan dengan mencampurkan larutan aluminium nitrat dan silika alami dengan rasio molar tertentu. Setelah pembentukan sol, proses aging dilakukan hingga terbentuk gel homogen. Gel kemudian dikeringkan dan dikalsinasi untuk menginisiasi reaksi antara Al dan Si yang membentuk struktur mullite.

Pemilihan metode sol-gel dalam penelitian ini juga mempertimbangkan kebutuhan untuk menghasilkan nanopartikel dengan morfologi dan ukuran yang seragam. Dalam skala nanometer, Al_2O_3 dan mullite dapat memperlihatkan peningkatan sifat mekanik, termal, dan permukaan. Sintesis berbasis sol-gel sangat mendukung pencapaian tujuan ini karena dapat mengontrol distribusi partikel secara efisien, serta memfasilitasi pembentukan fasa kristal yang bersih tanpa memerlukan aditif tambahan atau proses sintering kompleks (Fernandez-Garcia *et al.*, 2019).

2.5 Silika dari Tanaman *Equisetum arvense*

Equisetum arvense, atau yang dikenal dengan nama paku ekor kuda, merupakan salah satu spesies tanaman vaskular tertua yang diketahui sebagai hiperakumulator alami silika. Tanaman ini memiliki kemampuan menyerap silika dari tanah dalam bentuk asam monosilisat (H_4SiO_4) melalui sistem akarnya, yang kemudian dikendapkan dalam jaringan tumbuhannya sebagai silika amorf hidrat (Epstein, 1994). Silika ini tersimpan dalam dinding sel, epidermis, dan permukaan luar batang, memberikan perlindungan struktural serta resistensi terhadap hama dan kekeringan (Kumar *et al.*, 2017).

Kandungan silika pada *Equisetum arvense* tergolong sangat tinggi, bahkan melebihi 15–25% dari berat kering abunya, menjadikannya salah satu sumber silika nabati paling potensial (Ma dan Takahashi, 2002). Dalam kondisi pertumbuhan yang tepat, akumulasi silika pada tanaman ini lebih dominan dibandingkan senyawa anorganik lainnya, seperti fosfat atau kalsium.

Ekstraksi silika dari *Equisetum arvense* dilakukan melalui beberapa tahap utama. Pertama, tanaman dikeringkan dan dikalsinasi pada suhu 600–800 °C untuk menghilangkan senyawa organik dan menghasilkan abu silika. Abu tersebut kemudian diekstrak menggunakan larutan basa seperti NaOH untuk melarutkan silika dalam bentuk natrium silikat (Na_2SiO_3), lalu ditambahkan asam kuat (biasanya HCl) untuk menurunkan pH hingga terbentuk sol silika yang jenuh (Kurniawan *et al.*, 2020). Silika yang diperoleh biasanya berbentuk amorf, memiliki luas permukaan tinggi, dan reaktivitas kimia yang baik sangat sesuai untuk digunakan dalam proses sol-gel.

Keunggulan silika dari *Equisetum arvense* tidak hanya terletak pada kadar SiO_2 -nya yang tinggi, tetapi juga pada morfologi partikelnya yang halus, distribusi yang homogen, serta keberadaannya dalam bentuk non-kristalin (amorf) yang sangat reaktif terhadap ion aluminium (Al^{3+}) dalam pembentukan mullite (Putra *et al.*, 2021). Selain itu, penggunaan sumber daya hayati ini mendukung pengembangan material berbasis pendekatan hijau (*green synthesis*), yang semakin menjadi perhatian dalam riset material maju saat ini.

Dalam penelitian ini, silika hasil ekstrak *Equisetum arvense* digunakan sebagai prekursor SiO_2 dalam sintesis mullite ($\text{Al}_6\text{Si}_2\text{O}_{13}$). Pendekatan ini tidak hanya menawarkan jalur sintesis yang efisien, tetapi juga menciptakan nilai tambah dari limbah biomassa lokal yang melimpah dan terbarukan. Penggunaan silika nabati ini memberikan alternatif yang kompetitif terhadap silika industri, baik dari sisi ekonomi maupun karakter material yang dihasilkan.

2.6 Karakterisasi Nanomaterial

2.6.1 X-Ray Fluorescence (XRF)

X-Ray Fluorescence (XRF) merupakan teknik analisis unsur non-destruktif yang digunakan secara luas dalam karakterisasi material anorganik seperti mineral, logam, dan keramik. Prinsip kerja XRF didasarkan pada eksitasi atom dalam sampel menggunakan sinar-X primer, yang menyebabkan elektron dari kulit dalam terlepas. Ketika elektron dari kulit luar menggantikannya, maka dipancarkan sinar-X sekunder yang bersifat karakteristik untuk masing-masing unsur (Beckhoff *et al.*, 2006).

Dalam penelitian ini, XRF digunakan untuk menganalisis komposisi kimia dari bahan awal alumina sebelum proses kalsinasi. Analisis ini bertujuan untuk memastikan bahwa alumina yang digunakan memiliki kadar aluminium (Al) yang tinggi dan bebas dari unsur pengotor dalam jumlah signifikan. Karakterisasi awal ini sangat penting untuk menjamin konsistensi hasil akhir (Van Grieken dan Markowicz, 2002).

XRF memiliki sejumlah keunggulan seperti waktu analisis yang singkat, persiapan sampel yang sederhana, serta kemampuan untuk mendeteksi unsur dari natrium (Na) hingga uranium (U). Teknik ini sangat sesuai untuk bahan padat seperti serbuk alumina karena tidak memerlukan pelarutan sampel dan tidak merusak bentuk fisiknya (Jenkins, 1999). Namun demikian, keterbatasan utama XRF adalah sensitivitas yang rendah terhadap unsur ringan seperti oksigen (O) serta potensi gangguan akibat efek matriks antar unsur (Potts dan West, 2008).

Dengan menggunakan XRF sebelum proses kalsinasi, diperoleh informasi awal mengenai komposisi bahan baku. Informasi ini menjadi dasar untuk mengontrol rasio molar $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{SiO}_2$ yang akan digunakan dalam sintesis mullite, serta memastikan bahwa tidak ada kontaminasi yang signifikan pada bahan awal alumina.

Tabel 2.1 berikut menunjukkan hasil data XRF komposisi kimia bahan baku pembentuk mullite (Rajagukguk *et al.*, 2024).

Tabel 2.1 Data XRF Komposisi Kimia Bahan Baku Pembentuk Mullite

Oksida	Aluminium Dross (%)	Fly Ash (%)	Basalt (%)
SiO_2	17.284	49.020	48.418
Al_2O_3	67.821	22.479	18.820
TiO_2	0.356	1.845	1.329
Fe_2O_3	5.812	13.340	12.595
CuO	2.410	0.219	0.636
CaO	3.364	8.602	9.761
MnO	0.323	0.154	0.194
ZnO	0.413	0.104	—
K_2O	0.497	1.280	0.636
P_2O_5	0.690	0.871	—
SO_3	0.192	1.789	—
NiO	0.109	—	—
BaO	0.287	—	—
PbO	0.149	—	—

2.6.2 X-Ray Diffraction (XRD)

X-Ray Diffraction (XRD) merupakan analisis yang digunakan untuk mengidentifikasi material kristalit, sebagai contoh identifikasi struktur kristalit (kualitatif) dan fasa (kuantitatif) dalam suatu bahan dengan memanfaatkan radiasi gelombang elektromagnetik sinar-X. Selain itu, juga dimanfaatkan untuk mengetahui rincian lain seperti susunan berbagai jenis atom dalam kristal, kehadiran cacat, orientasi, dan cacat kristal (Munasir *et al.*, 2012).

Penentuan struktur kristal dapat dilakukan dengan metode difraksi. Difraksi adalah suatu metode eksperimen hamburan elastis, dimana proses perubahan energi dapat diabaikan dalam proses hamburan tersebut. Informasi yang diperoleh dari metode difraksi ini yakni data koordinat atom-atom dalam kristal yang mendasari sifat dan karakteristik bahan pada umumnya (Bunaciu *et al.*, 2015). XRD digunakan untuk analisis komposisi fasa atau senyawa pada material dan juga karakterisasi kristal.

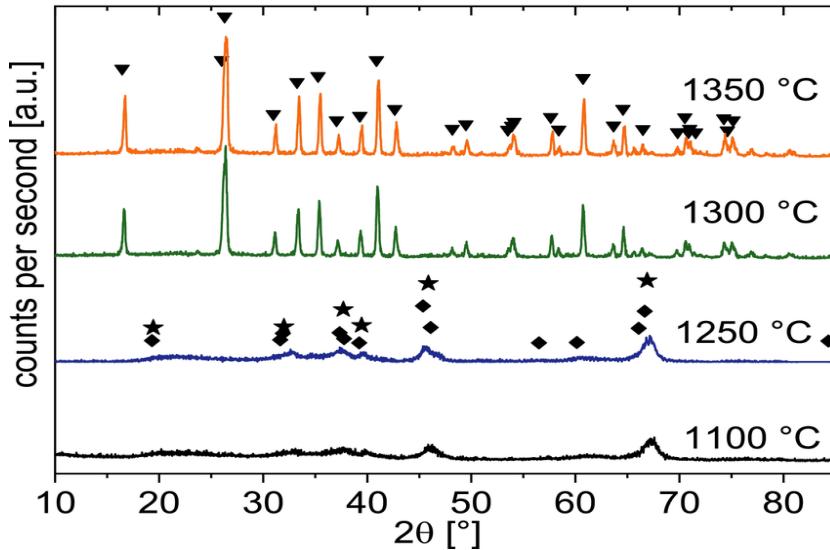
Prinsip dasar XRD adalah mendifraksi cahaya yang melalui celah kristal. Difraksi cahaya oleh kisi-kisi atau kristal ini dapat terjadi apabila difraksi tersebut berasal dari radius yang memiliki panjang gelombang yang setara dengan jarak antar atom, yaitu sekitar 1 Angstrom. Radiasi yang digunakan berupa radiasi sinar-X, elektron, dan neutron. Sinar-X merupakan foton dengan energi tinggi yang memiliki panjang gelombang berkisar antara 0,5 sampai 2,5 Å. Ketika berkas sinar-X berinteraksi dengan suatu material, maka sebagian berkas akan diabsorbsi, ditransmisikan, dan sebagian lagi dihamburkan terdifraksi. Hamburan terdifraksi inilah yang dideteksi oleh XRD. Berkas sinar X yang dihamburkan tersebut ada yang saling menghilangkan karena fasanya berbeda dan ada juga yang saling menguatkan karena fasanya sama. Berkas sinar X yang saling menguatkan itulah yang disebut sebagai berkas difraksi. Hukum Bragg merumuskan tentang persyaratan atau kondisi yang harus dipenuhi agar berkas sinar X yang dihamburkan tersebut merupakan berkas difraksi (Metungku *et al.*, 2017).

Difraksi sinar-X adalah teknik analitik non-destructif serbaguna untuk identifikasi dan kuantitatif berbagai bentuk kristal dari senyawa yang ada dalam sampel serbuk maupun padat. Difraksi terjadi ketika gelombang mengalami pembiasan atau pembelokan saat melintasi suatu gangguan, seperti kisi kristal. Akibatnya, gelombang tersebut terhambur ke berbagai arah, yang dapat menghasilkan penguatan atau pelemahan sinyal tergantung pada kondisi yang terjadi (Pratapa, 2009). Difraksi sinar-X merupakan salah satu metode yang dipakai untuk mengetahui kristalinitas pada bahan, mengukur dimensi partikel serta parameter struktur kristal. Dalam teknik ini, sinar-X yang bersifat elastis dihamburkan oleh atom-atom dalam kisi periodik, dan hamburan monokromatis ini menghasilkan interferensi konstruktif yang membentuk pola difraksi (Hastuti, 2011). Identifikasi

material didapatkan dengan membandingkan grafik difraksi sinar-X (difraktogram) dengan database yang dikembangkan lembaga *Joint Committee on Powder Diffraction Standards* (JCPDS) (Munasir *et al.*, 2012). Pada perkembangannya lembaga ini berubah menjadi *International Centre for Diffraction Data* (ICDD). Selain dalam bidang geologi, analisis dengan menggunakan teknik difraksi sinar-X (XRD) juga telah banyak digunakan dalam berbagai bidang ilmu seperti arkeologi, teknik sipil, teknik kimia, dan kedokteran. Salah satu keunggulan analisis mineralogi dengan XRD adalah kemampuannya untuk mengidentifikasi jenis mineral lempung dengan jelas dan akurat, dimana hal ini sulit dilakukan dengan analisis petrografi (Wicaksono *et al.*, 2017).

Karakterisasi XRD dilakukan untuk mengetahui struktur dari bahan yang telah disintesis. Prinsip kerja XRD yaitu sinar-X yang terdifraksi, berturut-turut dibentuk oleh atom-atom kristal dari material tersebut. Dengan munculnya berbagai sudut yang timbul, pola difraksi yang terbentuk menyatakan karakterisasi dari sampel. Komponen utama pada alat XRD yaitu sumber sinar-X, material uji (sampel) dan detektor. Sumber sinar-X yang terdapat pada tabung sinar-X akan terjadi tumbukan antara tegangan tinggi yang bertujuan untuk mempercepat elektron dengan logam target sehingga menghasilkan panjang gelombang antara 0,1 sampai 100×10^{-10} m. Pada material uji harus dalam bentuk padatan halus (bubuk). Detektor berfungsi sebagai pendekripsi sudut sinar-X yang telah direfleksikan pada material uji sehingga dapat dianalisis lebih lanjut (Krisnawan, 2009).

Contoh hasil XRD mullite ditunjukkan pada **Gambar 2.5** berikut.



Gambar 2.5 XRD dengan komposisi mullite (★: η -alumina, ◆: γ -alumina, ▼: mullite) (Scolz *et al.*, 2020)

2.6.3 Scanning Electron Microscopy (SEM)

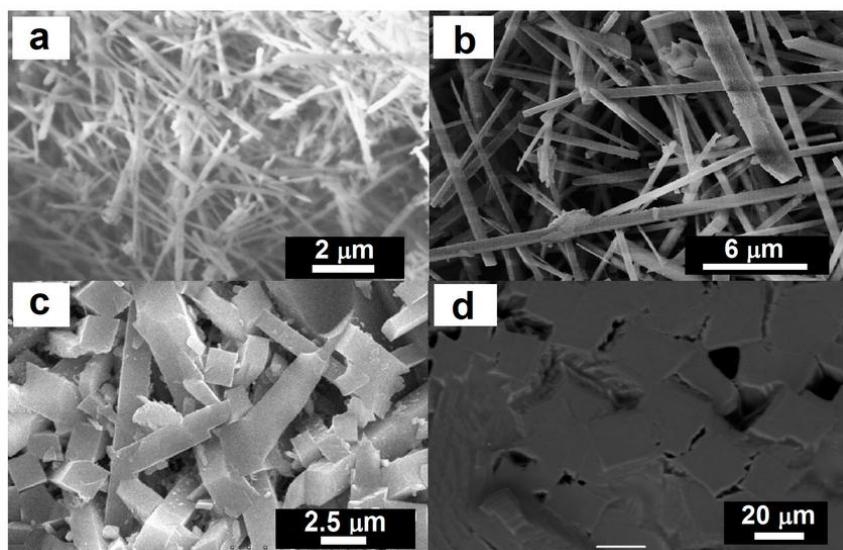
Scanning Electron Microscope (SEM) adalah salah satu jenis mikroskop elektron yang menggambar spesimen dengan memindainya menggunakan sinar elektron berenergi tinggi dalam scan pola raster. Elektron memiliki resolusi yang lebih tinggi daripada cahaya. Cahaya hanya mampu mencapai 200 nm sedangkan elektron bisa mencapai resolusi sampai 0,1 – 0,2 nm. Elektron berinteraksi dengan atom-atom sehingga spesimen menghasilkan sinyal yang mengandung informasi tentang topografi permukaan spesimen, komposisi, dan karakteristik lainnya seperti konduktivitas listrik.

SEM merupakan salah satu jenis mikroskop elektron yang mampu menghasilkan resolusi tinggi dari gambaran permukaan suatu sampel. Prinsip kerja alat SEM adalah dengan memanfaatkan hamburan balik elektron (*electron beam*) pada permukaan objek dan mengambil gambar dengan mendeteksi elektron yang muncul pada permukaan objek (Setyaningsih dan Septiano, 2021). Kemajuan dalam penggunaan SEM 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.

Pengujian SEM memungkinkan mendapatkan hasil citra morfologi dan konsentrasi dari campuran bahan (Septiano *et al.*, 2021).

SEM merupakan metode yang secara luas digunakan untuk pengamatan morfologi permukaan, struktur, dan pemetaan kandungan berbagai jenis sampel mulai dari bahan alam, organik, anorganik, polimer, logam hingga sampel biologi. Metode pengamatan ini menggunakan berkas elektron pancaran energi tinggi untuk memindai objek sehingga menghasilkan citra dan komposisi sampel. Berkas elektron yang digunakan sebagai sumber memiliki panjang gelombang puluhan ribu kali lebih pendek dari panjang gelombang cahaya tampak sehingga citra yang dihasilkan metode ini memiliki resolusi dan detail gambar yang lebih baik daripada mikroskop optik. Prinsip tersebut membuat metode ini memiliki keunggulan lebih dan sangat digemari jika dibandingkan mikroskop optik. Metode ini dapat menghasilkan citra gambar tiga dimensi dengan perbesaran dan resolusi yang jauh lebih tinggi (Yanez dan Barbosa, 2003).

Contoh hasil SEM mullite ditunjukkan pada **Gambar 2.6**.



Gambar 2.6 SEM mullite (Choo *et al.*, 2019)

III. METODE PENELITIAN

3.1 Waktu dan Tempat

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

3.2 Alat dan Bahan

3.2.1 Alat-alat Penelitian

Alat-alat yang digunakan pada penelitian ini adalah timbangan digital, *beaker glass*, gelas ukur, pipet ukur, spatula, *magnetic stirrer*, *hot plate*, kertas pH meter, lemari asam, kertas saring, labu erlenmeyer, cawan petri, mortar dan alu, krusibel alumina, oven, dan *furnace* atau tungku pemanas. Pada saat karakterisasi menggunakan alat *X-Ray Fluorescence* (XRF) instrumen PANalytical Epsilon 3, *X-Ray Diffraction* (XRD) instrumen PANalytical dan *Scanning Electron Microscope* (SEM) instrumen ZEISS EVO MA 10.

3.2.2 Bahan-bahan Penelitian

Bahan-bahan yang digunakan pada penelitian ini adalah aluminium nitrat $\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ kemurnian 98,5 % dan natrium karbonat Na_2CO_3 kemurnian 95 % dari produk Merck, Jerman sebagai sumber alumina; tanaman *Equisetum arvense* atau silika ekor kuda sebagai sumber silika dengan kemurnian 95,84 % yang digunakan dari hasil penelitian Nurmala (2019), *Hydrochloric Acid* 37% (HCl) atau asam klorida dari produk Merck, Jerman dan air destilasi atau *aquades*.

3.3 Prosedur Penelitian

Prosedur pada penelitian ini terbagi menjadi tiga bagian yaitu preparasi silika dari *Equisetum arvense*, sintesis aluminium oksida dari $\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O} + \text{Na}_2\text{CO}_3$ dan sintesis mullite $\text{Al}_6\text{Si}_2\text{O}_{13}$ dengan variasi rasio molar $\text{Al}_2\text{O}_3:\text{SiO}_2$.

3.3.1 Preparasi dan Karakterisasi Silika dari Tanaman *Equisetum arvense*

Prosedur preparasi dan karakterisasi silika dari tanaman *Equisetum arvense* dilakukan dengan merujuk pada metode penelitian terdahulu (Nurmala, 2019), yang terdiri atas tiga tahapan utama yaitu preparasi bahan, ekstraksi silika, dan karakterisasi hasil. Rangkaian proses dijelaskan sebagai berikut:

a. Preparasi Bahan

1. Tanaman *Equisetum arvense* dipotong kecil-kecil lalu dicuci dengan air mengalir untuk menghilangkan kotoran dan tanah.
2. Tanaman dibersihkan kembali menggunakan aquades, lalu dikeringkan dalam oven pada suhu 110 °C selama 24 jam sampai berubah menjadi abu berwarna cokelat.
3. Setelah kering, *Equisetum* digerus menggunakan mortar hingga menjadi serbuk halus lalu ditimbang.

b. Ekstraksi Silika

1. Sebanyak 20 gram serbuk halus dicampur dengan 150 mL larutan NaOH variasi 2,0; 2,5; 3,0; 3,5 dan 4,0 M.
2. Campuran direfluks dalam waktu 3 jam sambil diaduk serta dipanaskan dalam suhu 100 °C.
3. Setelah selesai, campuran disaring menggunakan kertas saring Whatman No. 41.
4. Filtrat dititrasi perlahan dengan 150 mL larutan H_2SO_4 5 M hingga mencapai pH netral (± 7).
5. Gel silika yang terbentuk didiamkan selama 24 jam.
6. Gel disaring kembali dan dicuci dengan aquades panas hingga bersih.

7. Gel dikeringkan dalam oven pada suhu 80 °C selama 24 jam, lalu digerus menjadi serbuk.
8. Serbuk direfluks ulang dengan 150 mL larutan HCl 1 M pada suhu 100 °C selama 4 jam untuk menghilangkan pengotor logam seperti Al, Fe, Mg, dan Ca.
9. Larutan disaring dan dicuci dengan aquades panas, kemudian dikeringkan pada suhu 200 °C semalam.
10. Serbuk digerus lalu dikalsinasi dalam furnace pada suhu 700 °C selama 2 jam.
11. Hasil serbuk digerus kembali hingga diperoleh silika murni.

c. Karakterisasi Silika

Silika hasil preparasi dan ekstraksi kemudian dikarakterisasi menggunakan tiga instrumen untuk mengetahui kualitas dan sifatnya, yaitu XRF untuk mengetahui komposisi unsur penyusun utama dalam serbuk silika dan mengevaluasi kemurniannya, XRD untuk mengidentifikasi sifat kristalinitas dan fasa dominan (amorf atau kristalin) dari silika yang dihasilkan dan SEM untuk mengamati morfologi permukaan, ukuran partikel, serta distribusi dan porositas serbuk silika hasil sintesis.

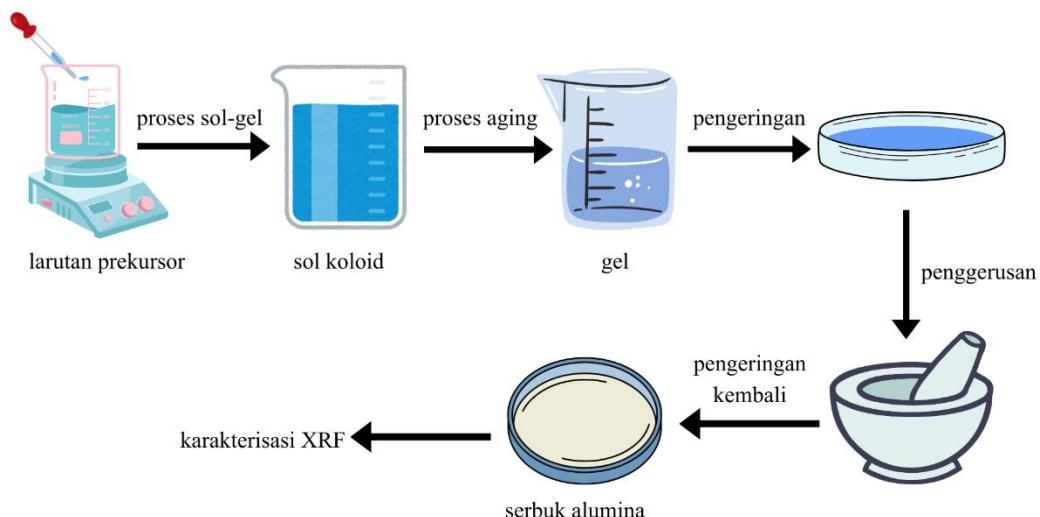
3.3.2 Sintesis Al_2O_3 (Alumina)

Sintesis aluminium oksida (Al_2O_3) atau alumina dilakukan dengan metode sol-gel berbasis reaksi antara aluminium nitrat $\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ dan natrium karbonat Na_2CO_3 sebagai agen pengendap. Tahapan sintesis dilakukan sebagai berikut:

1. Langkah pertama yang dilakukan yaitu menimbang aluminium nitrat $\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ sebanyak 10 gram dan natrium karbonat Na_2CO_3 sebanyak 5 gram dan memasukkan masing-masing ke dalam beaker glass yang berbeda.
2. Larutan aluminium nitrat disiapkan dengan melarutkan 10 gram $\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ dalam 100 ml aquades lalu diaduk menggunakan spatula hingga homogen.
3. Larutan natrium karbonat Na_2CO_3 disiapkan secara terpisah dengan melarutkan 5 gram Na_2CO_3 dengan 100 ml aquades lalu diaduk menggunakan spatula hingga homogen.

4. Lalu masing-masing larutan $\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ 0,267 M dan larutan Na_2CO_3 0,47 M diaduk menggunakan *magnetic stirrer* selama 30 menit.
5. Larutan Na_2CO_3 diteteskan menggunakan mikro pipet secara perlahan dan terus menerus tanpa jeda ke dalam larutan $\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ sambil diaduk menggunakan *magnetic stirrer* dan saat reaksi berlangsung dilakukan pengecekan pH..
6. Penambahan larutan Na_2CO_3 dihentikan saat pH sudah mencapai 7.
7. Saat larutan sudah membentuk gel pengadukan menggunakan *magnetic stirrer* dihentikan.
8. Gel di aging selama 24 jam pada suhu kamar.
9. Gel dibilas menggunakan aquades panas lalu disaring menggunakan kertas saring.
10. Hasil gel diletakkan ke dalam cawan petri.
11. Gel dikeringkan menggunakan oven selama 24 jam pada suhu 150 °C.
12. Gel kering digerus hingga menjadi serbuk halus.
13. Serbuk alumina atau Al_2O_3 dipanaskan kembali menggunakan oven pada suhu 150 °C selama 2 hari.
14. Serbuk alumina dihaluskan kembali dan siap disintesis dengan silika.

Skema proses sintesis serbuk alumina dengan metode sol-gel ditunjukkan pada **Gambar 3.1** berikut.



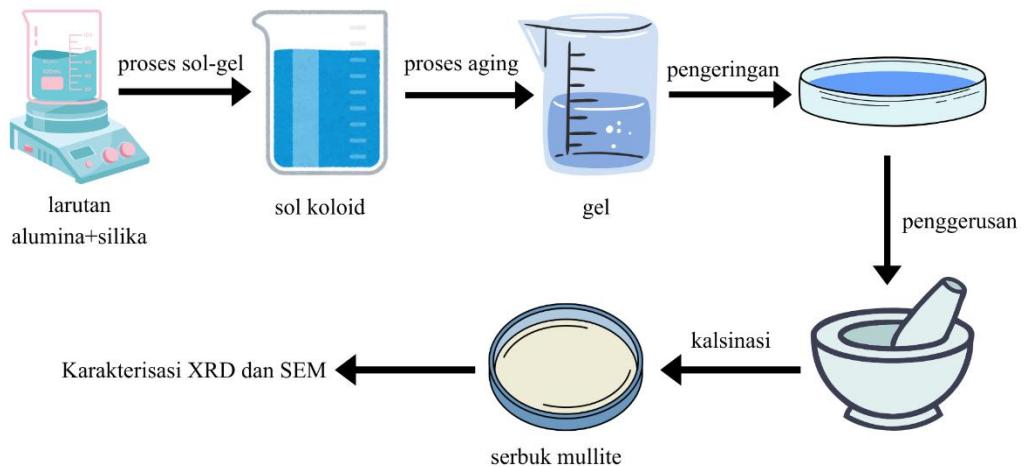
Gambar 3.1. Skema Proses Sintesis Alumina

3.3.3 Sintesis Komposit $\text{Al}_6\text{Si}_2\text{O}_{13}$ (Mullite)

Setelah proses sintesis alumina selesai, langkah selanjutnya adalah sintesis komposit $\text{Al}_6\text{Si}_2\text{O}_{13}$ (mullite) menggunakan bahan dasar serbuk alumina hasil kalsinasi dan serbuk silika yang telah diekstraksi dari tanaman *Equisetum arvense* melalui proses metode sol-gel. Serbuk silika yang digunakan adalah campuran dari seluruh serbuk yang divariasikan dalam variasi konsentrasi NaOH 2,0; 2,5; 3,0; 3,5 dan 4,0 M. Proses dilakukan dengan tahapan sebagai berikut:

1. Serbuk Al_2O_3 dan serbuk silika dicampurkan dengan rasio molar tertentu, yaitu $\text{Al}_2\text{O}_3:\text{SiO}_2$ sebesar 1:1, 2:1, dan 3:1.
2. Campuran serbuk $\text{Al}_2\text{O}_3:\text{SiO}_2$ rasio 1:1 ditimbang sebanyak 1,27 :0,75 gram, rasio 2:1 sebanyak 1,71:0,50 gram dan rasio 3:1 sebanyak 1,91:0,38 gram lalu dimasukkan masing-masing ke dalam *beaker glass* yang terpisah.
3. Setiap campuran dilarutkan ke dalam 25 mL aquades kemudian diaduk hingga homogen.
4. Larutan dengan rasio 1:1, 2:1, dan 3:1 memiliki konsentrasi berturut-turut 0,997 M; 1,004 M; dan 1,002 M. Larutan kemudian diaduk menggunakan magnetic stirrer sambil melakukan penyesuaian pH hingga mencapai pH 5.
5. Jika pH berada di atas 5, larutan ditambahkan HCl 37% secara perlahan hingga mencapai pH 5.
6. Gel diaging selama 24 jam pada suhu kamar agar struktur gel terbentuk sempurna.
7. Gel dibilas menggunakan aquades panas kemudian disaring.
8. Endapan gel ditempatkan ke dalam cawan petri.
9. Gel dikeringkan dalam oven pada suhu 150 °C selama 24 jam.
10. Gel kering digerus hingga menjadi serbuk halus.
11. Serbuk mullite dikalsinasi pada suhu 1000 °C selama 5 jam untuk pembentukan fasa $\text{Al}_6\text{Si}_2\text{O}_{13}$.
12. Serbuk mullite hasil kalsinasi digerus kembali hingga halus.
13. Serbuk yang diperoleh dikarakterisasi menggunakan XRD dan SEM.

Skema proses sintesis komposit mullite ditunjukkan pada **Gambar 3.2** berikut.



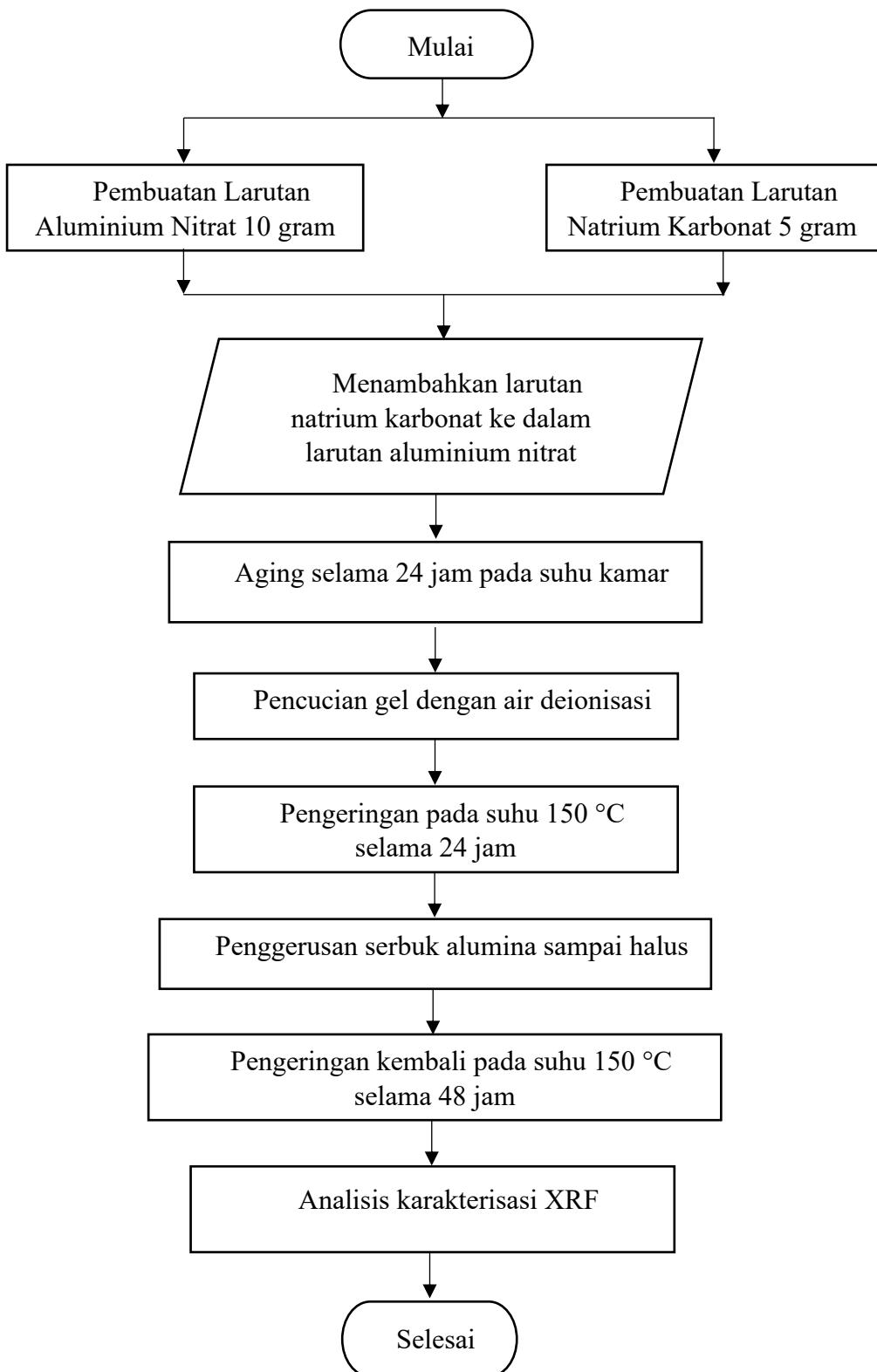
Gambar 3.2. Skema Proses Sintesis Komposit Mullite

3.5 Diagram Alir

Adapun diagram alir pada penelitian ini adalah sebagai berikut.

❖ Sintesis Alumina (Al_2O_3)

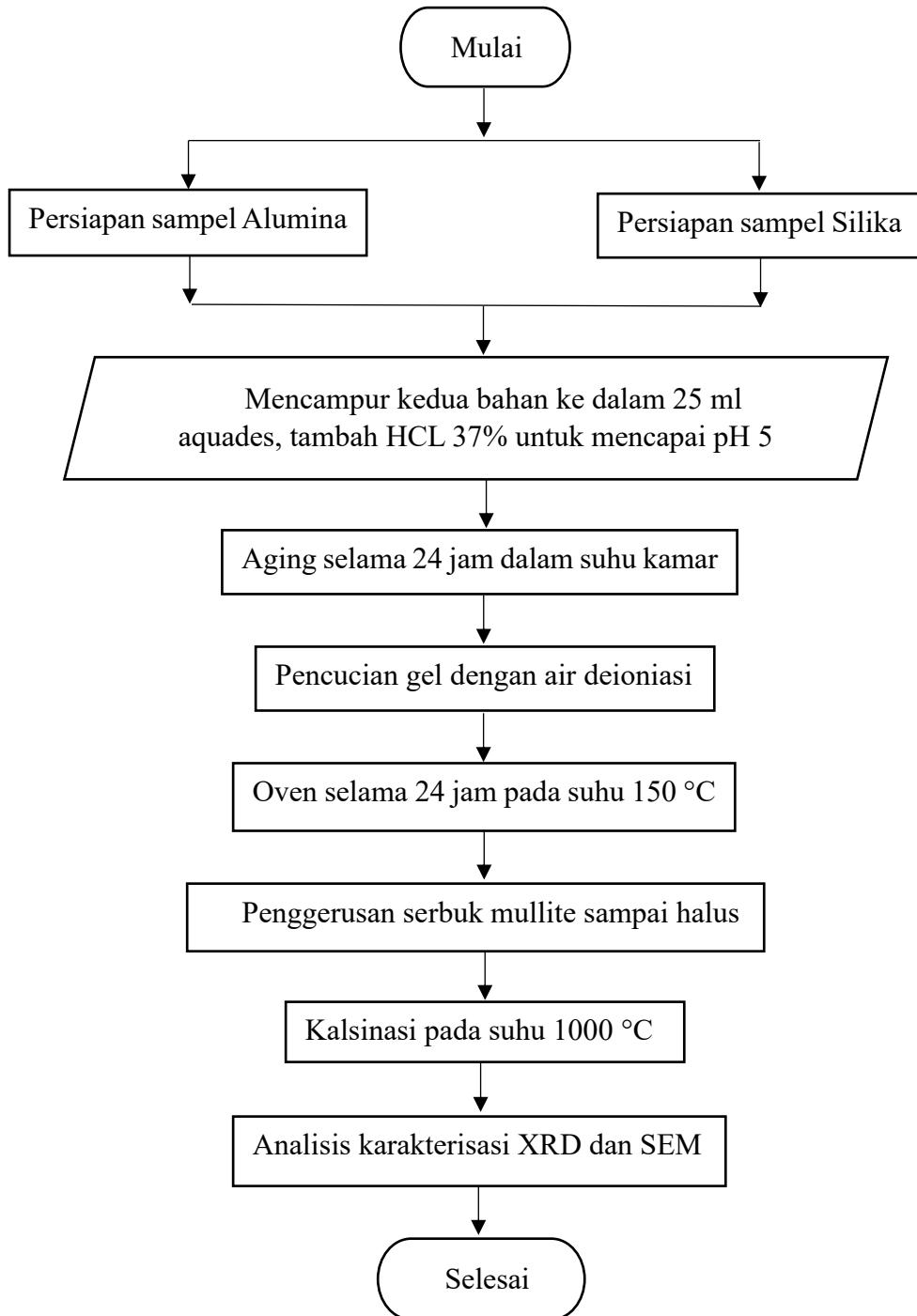
Diagram alir sintesis Al_2O_3 dapat dilihat pada **Gambar 3.3** berikut.



Gambar 3.3. Diagram Alir Sintesis Alumina (Al_2O_3)

❖ Sintesis Mullite ($\text{Al}_6\text{Si}_2\text{O}_{13}$)

Diagram alir sintesis mullite dapat dilihat pada **Gambar 3.4** berikut.



Gambar 3.4. Diagram Alir Sintesis Mullite (Al_2SiO_5)

V. KESIMPULAN DAN SARAN

5.1 Kesimpulan

Berdasarkan hasil penelitian yang telah dilakukan mengenai sintesis dan karakterisasi mullite ($Al_6Si_2O_{13}$) berbasis silika alami dari tanaman *Equisetum arvense* dengan metode sol-gel, maka dapat disimpulkan hal-hal berikut:

1. Sintesis mullite berbasis silika *Equisetum arvense* dengan metode sol-gel berhasil dilakukan sehingga menghasilkan serbuk alumina dan mullite.
2. Hasil analisis XRF menunjukkan bahwa prekursor alumina memiliki kemurnian tinggi sebesar 77,233%.
3. Analisis XRD mengonfirmasi terbentuknya fasa mullite paling dominan pada rasio 3:1 dan kristalin pada rasio 2:1.
4. Hasil SEM menunjukkan bahwa partikel mullite mengalami aglomerasi pada perbesaran rendah dengan morfologi tidak beraturan. Pada perbesaran lebih tinggi tampak butir kristal berbentuk jarum (*acicular grains*) yang merupakan ciri khas mullite, menandakan bahwa reaksi antara Al_2O_3 dan SiO_2 telah berhasil menghasilkan fase mullite dengan struktur kristal yang teratur. Permukaan partikel yang tampak kasar dan berpori menunjukkan bahwa proses kalsinasi telah membentuk mullite, namun belum mencapai densifikasi penuh sehingga masih terdapat celah antar partikel.

5.2 Saran

Dari penelitian yang sudah dilakukan, diharapkan pada penelitian selanjutnya dilakukan kalsinasi pada suhu > 1100 °C untuk mendapatkan fasa tunggal mullite, lalu dilakukan kontrol lebih ketat terhadap komposisi dan pencampuran reagen selama proses sol-gel dan pemurnian lanjutan terhadap prekursor alumina maupun silika untuk memperoleh fasa yang konsisten dan seragam secara struktural.

DAFTAR PUSTAKA

- Ahmedzeki, H. K., Hussein, F. H., and Abdul Kareem, A. M. (2018). Synthesis and Characterization of γ -Al₂O₃ from Aluminum Waste. *Egyptian Journal of Petroleum*, 27(3), 333–338.
- Azhari, A., and Aziz, M. (2016). Effect of Particle Morphology on Thermal Insulation Property of Mullite-based Ceramic. *Materials Research*, 19(3), 694–700.
- Barea, R., Osendi, M.I., Ferreira, J.M.F., and Miranzo, P. (2005). Thermal Conductivity of Highly Porous Mullite Material. *Acta Materialia*. 53, 3313-3318.
- Beckhoff, B., Kanngießer, B., Langhoff, N., Wedell, R., and Wolff, H. (2006). *Handbook of Practical X-Ray Fluorescence Analysis*. Springer.
- Brinker, C. J., and Scherer, G. W. (2013). *Sol-Gel Science: The Physics and Chemistry of Sol-Gel Processing*. Academic Press.
- Bunaciu, A. A., Udristioiu, E. G., and Aboul-Enein, H. Y. (2015). X-ray Diffraction: Instrumentation and Applications. *Critical Reviews in Analytical Chemistry*, 45(4), 289–299.
- Cao, G., and Wang, Y. (2004). *Nanostructures and Nanomaterials: Synthesis, Properties and Applications*. Imperial College Press. 53-54.
- Carneiro, J., Barbosa, T., and Ferreira, C. (2015). Silica Accumulation and Distribution in *Equisetum arvense* L. *Acta Botanica*, 28(2), 175–182.
- Chen, S., Zhao, H., and Li, Z. (2018). Effect of Alumina to Silica Ratio on the Formation of Mullite. *Ceramics International*, 44(9), 10001–10008.
- Chen, Y.F., Wang, M.C., and Hon, M.H. (2003). Pore Structure and Permeation Properties of Kaolin Silica Alumina Ceramics. *Journal of the Ceramic Society of Japan*, 111(8), 537-543.
- Choo, T.F., Salleh, M.A.M., Kok, K.Y., and Matori, K.A. (2019). A Review on Synthesis of Mullite Ceramics from Industrial Wastes. *Recycling*, 4(3), 1-12.

- Cividanes, L. S., Sakamoto, W. K., and Marconcini, J. M. (2010). Sol-gel Synthesis of Mullite Ceramics: A review. *Cerâmica*, 56(340), 402–410.
- Currie, H.A and Perry, C.C. (2007). Silica in Plants: Biological, Biochemical and Chemical Studies. *Oxford Journals*. 100, 1383-1389.
- Daniel, M.-C., and Astruc, D. (2004). Gold Nanoparticles: Assembly, Supramolecular Chemistry, Quantum-size-related Properties, and applications Toward Biology, Catalysis, and Nanotechnology. *Chemical Reviews*, 104(1), 293–346.
- Epstein, E. (1994). The Anomaly of Silicon in Plant Biology. *Proceedings of the National Academy of Sciences*, 91(1), 11–17.
- Fernandez-Garcia, M., Gonzalez-Domínguez, J., and Morales, J. (2019). Mullite-based Ceramics for Advanced Thermal Applications. *Journal of the European Ceramic Society*, 39(1), 17–26.
- Fernandez-Gonzalez, R., Torrecillas, R., and Menendez, J. L. (2012). Mullite Synthesis from Different Alumina-Silica Precursors. *Materials Chemistry and Physics*, 134(2–3), 1096–1104.
- Fernandes, L and Salomao, R. (2018). Preparation and Characterization of Mullite-Alumina Structures Formed In Situ from Calcined Alumina and Different Grades of Synthetic Amorphous Silica. *Material Research*. 21(3), 1-9.
- Gao, Y., Luo, H., Yang, J., and Liu, X. (2009). *Effect of composition on mullite formation in $Al_2O_3-SiO_2$ binary system prepared by sol-gel method*. Journal of Alloys and Compounds, 475(1-2), 418–422.
- Hastuti, M. (2011). Karakterisasi Mineral menggunakan Difraksi Sinar-X (XRD). *Jurnal Kimia dan Pendidikan Kimia*, 1(1), 11–15.
- Ikram, M. (2018). Structural Evaluation of Al–Si-Based Ceramics using XRD. *RSC Advances*, 8(12), 6706–6712.
- Jenkins, R. (1999). *X-ray Fluorescence Spectrometry*. Wiley-Interscience.
- Khatamian, M., Mahmoodi, H., and Salehi, F. (2024). Influence of Al:Si Ratio on Crystallinity of Mullite Nanoceramics Prepared via Sol-gel Route. *Journal of Advanced Ceramics*, 13(2), 211–223.
- Krisnawan, A., 2009. Karakterisasi Sampel Paduan Magnesium Jenis A29 1D dengan Berbagai Variasi Waktu Milling Menggunakan X-Ray Flourescence (XRF) dan Difraction (XRD). (Skripsi) Fakultas Sains dan Teknologi UIN Syarif Hidayatullah. Jakarta.
- Kumar, S., Mallick, S., and Verma, S. (2017). Role of Silica in Structural Integrity of Horsetail (*Equisetum arvense*). *Plant Physiology and Biochemistry*, 115, 15–22.

- Kurniawan, R., Sutanto, H., dan Purnomo, B. (2020). Ekstraksi dan Karakterisasi Silika dari Limbah Tanaman untuk Aplikasi Keramik. *Jurnal Teknologi Material*, 10(1), 35–42.
- Law, C and Exley, C. (2011). New Insight into Silica Deposition in Horsetail (*Equisetum arvense*). *BMC Plant Biology*. 11(112), 1-9.
- Liza, H. A., Munasir, dan Suseno, H. (2018). *Identifikasi Struktur Kristal Material dengan XRD dan Analisis Data*. Yogyakarta: Deepublish.
- Li, Z., Wang, D., Lv, F., Chen, J., Wu, C., Li, Y., Shen, J., and Li, Y. (2022). Synthesis and Characterization of High-Purity Mesoporous Alumina with Excellent Adsorption Capacity for Congo Red. *Materials*, 15(970), 1-24.
- Li, Z., and Zhang, Y. (2018). High-Temperature Performance of Alumina Ceramics: A review. *Journal of Advanced Ceramics*, 7(3), 231–243.
- Maitra, S., and Das, K. (2007). Synthesis and Characterization of Mullite. *Journal of the European Ceramic Society*, 27(1), 707–710.
- Maitra, S. (2011). Studies on the formation of mullite from diphasic Al_2O_3 – SiO_2 gel by Fourier transform infrared spectroscopy. *Iranian Journal of Chemistry & Chemical Engineering*, 30(1), 81–87.
- Ma, J. F., and Takahashi, E. (2002). *Soil, Fertilizer, and Plant Silicon Research in Japan*. Elsevier.
- Menu, M. J., and Escribano, J. (2018). Control of Morphology and Crystallinity of Mullite Synthesized via Sol–gel. *Journal of Materials Science*, 53(6), 4423–4434.
- Metungku, H., Angga, Y. P., dan Munasir. (2017). Prinsip kerja XRD dan aplikasinya dalam Karakterisasi Bahan Padat. *Jurnal Fisika dan Aplikasinya*, 13(1), 41–49.
- Mohammed, M., Abdallah, E. A., and Al-Rawashdeh, N. (2017). Synthesis and Analysis of NaAlO_2 Via Solid State Method. *Jordan Journal of Chemistry*, 12(1), 25–31.
- Mote, V. D., Purushotham, Y., and Dole, B. N. (2012). Williamson–Hall Analysis in Estimation of Lattice Strain in Nanometer-sized ZnO Particles. *Journal of Theoretical and Applied Physics*. 6(6).
- Munasir, M., Arbianti, R., dan Safitri, E. (2012). Identifikasi Senyawa Kristal menggunakan XRD dan SEM. *Jurnal Kimia Valensi*, 8(2), 177–184.
- Nurmala, N. (2019). Pengaruh Variasi NaOH Dalam Preparasi Nanosilika Berbasis *Equisetum Arvense*. *Skripsi*. Universitas Lampung.

- Pingak, R. R., Munasir, dan Subagio, A. (2018). Analisis Unsur dengan XRF pada Bahan Keramik. *Jurnal Fisika Indonesia*, 22(2), 45–53.
- Potts, P. J., and West, M. (2008). *Portable X-ray Fluorescence Spectrometry: Capabilities for in situ Analysis*. Royal Society of Chemistry.
- Pratapa, S. (2009). Difraksi Sinar-X untuk Identifikasi Struktur Kristal: Dasar Teori dan Praktik. *Jurnal Fisika dan Aplikasinya*, 5(1), 33–41.
- Putra, D. R., Sari, Y. P., dan Munasir. (2021). Ekstraksi dan Karakterisasi Silika dari Biomassa *Equisetum arvense*. *Jurnal Material Terapan*, 9(1), 12–19.
- Rajagukguk, T.U., Anshori, A., Amin, M., Ardiansyah, F., dan Hendronursito, Y. (2024). Optimizing The Composition Of Basalt And Heat Treatment Of Fly Ash-Based Mullite Ceramics Using The Taguchi Method. *Indonesian Journal of Applied Physics (IJAP)*, 14(1), 127-140.
- Ryu, J., Kim, B. K., and Park, J. H. (2002). Low-Temperature Synthesis of γ -alumina Nanoparticles Via Precipitation Route. *Journal of Materials Science Letters*, 21(4), 335–338.
- Santos, A. T., de Camargo, N. H. A., and de Oliveira, A. P. N. (2004). Effect of Alumina Addition on the Physical and Microstructural Properties of Mullite–Zirconia Composites. *Materials Research*, 7(2), 235–240.
- Santos, L. P., Soares, T. R., and Silva, M. F. (2020). Development of γ -Al₂O₃ Nanopowders with High Surface Area Via Nitrate Decomposition. *Materials Chemistry and Physics*, 248, 122902.
- Schneider, H., Fischer, R.X and Schreuer, J. 2015. Mullite: Crystal Structure and Related Properties. *Journal of the American Ceramic Society*. 98(10), 2948-2967.
- Schneider, H., Okada, K., and Pask, J. A. (1994). *Mullite and Mullite Ceramics*. John Wiley & Sons.
- Scholz, H., Vetter, J., Herborn, R., and Ruedinger, A. (2020). Oxide Ceramic Fibers Via Dry Spinning Process – From Lab To Fab. *International Journal Applied Ceramic Technology*, 17(4), 1636-1645.
- Segal, D. (2018). High Purity Mullite Ceramics from Sol-gel Precursors. *Journal of Sol-Gel Science and Technology*, 88(3), 571–579.
- Sembiring, S., Simanjuntak, W., Manurung, P., Asmi, D., and Low, I.M. (2013). Synthesis and Characterisation of Gel-derived Mullite Precursors From Rice Husk Silica. *Ceramic Internasional*, 12(038), 1-6.
- Septiano, A.F., Susilo dan Setyaningsih, N.A. (2021). Analisis Citra Hasil Scanning Electron Microscopy Energy Dispersive X-Ray (SEM EDX) Komposit

- Resin Timbal dengan Metode Contrast to Noise Ratio (CNR). *Indonesian Journal of Mathematics and Natural Sciences*. 44(2), 81-85.
- Smirnov, A. Y., and Shulman, Z. P. (2001). *Solid solution behavior of mullite: Structural and compositional studies*. Journal of Materials Science, 36(16), 3917–3924.
- Spyrka, M., Gonzalez, J., and Lopez, R. (2020). Synthesis of Mullite Ceramics Using Natural Precursors. *Ceramics International*, 46(4), 4530–4537.
- Suryanarayana, C. (1995). Nanocrystalline Materials. *International Materials Reviews*, 40(2), 41–64
- Van Grieken, R., and Markowicz, A. A. (2002). *Handbook of X-ray spectrometry*. CRC Press.
- Wefers, K., and Misra, C. (1987). *Oxides and Hydroxides of Aluminum*. State University. Alcoa Research Laboratories.
- Wicaksono., Dwi, D., Setiwan., Iman, N., Wilopo., Wahyu., Harijoko., dan Agung. 2017. Teknik Preparasi Sampel Dalam Analisis Mineralogi Dengan XRD (*X-Ray Diffraction*) di Departemen Teknik Geologi, Fakultas Teknik, Universitas Gadjah Mada. *Proceeding*. Hal 1864-1880.
- Yahaya, A. (2021). Synthesis and Characterization of γ -alumina Nanoparticles. *Materials Today: Proceedings*, 42(1), 2034–2039.
- Yanez, M. J., and Barbosa, S. E. (2003). Changes in Particle Area Measurements Due to SEM Accelerating Voltage and Magnification. *Microscopy Research and Technique*, 61(5), 463–468.
- Yasuda, K., Kuroki, K., and Tanaka, T. (2017). Effect of Trace Elements on Dielectric and Sintering Properties of Alumina. *Journal of the American Ceramic Society*, 100(5), 2145–2153.
- Young, R. A. (1993). The Rietveld Method. Oxford: Oxford University Press.
- Zhao, S., Yang, D., Chen, Y., and Wu, T. (2003). Crystallization Mechanism of Mullite Phase from Al_2O_3 – SiO_2 system. *Materials Letters*, 57(11), 1716–1722.
- Zhou, W., Wang, Z. L., and Joy, D. C. (2013). Scanning Microscopy for Nanotechnology: Techniques and Applications. Springer.