

STUDI PEMBUATAN PARTIKEL NANO Cu_2O DENGAN METODA
MECHANICAL TRAPPING

TESIS

Diajukan sebagai salah satu syarat untuk memperoleh gelar Magister Sains

MOHAMAD MUFTI
0806421294



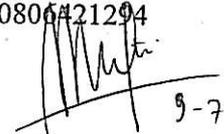
UNIVERSITAS INDONESIA
FAKULTAS MATEMATIKA & ILMU PENGETAHUAN ALAM
PROGRAM STUDI FISIKA
KEKHUSUSAN FISIKA MURNI & TERAPAN
DEPOK
JULI 2011

HALAMAN PERNYATAAN ORISINALITAS

Tesis ini adalah hasil karya sendiri,
dan semua sumber baik yang dikutip maupun dirujuk
telah saya nyatakan dengan benar.

Nama : Mohamad Mufti

NPM : 0806421294

Tanda tangan : 

Tanggal : 9-7-2011

HALAMAN PENGESAHAN

Tesis ini diajukan oleh

Nama : Mohamad Mufti
NPM : 0806421294
Program Studi : Fisika
Kekhususan : Fisikan Murni & Terapan
Judul tesis : Studi Pembuatan Partikel Nano Cu_2O Dengan Metode Mechanical Trapping

telah berhasil dipertahankan di hadapan Dewan Penguji dan diterima sebagai bagian persyaratan yang diperlukan untuk memperoleh gelar Magister Sains pada Program Studi Fisika Kekhususan Fisika Murni dan Terapan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Indonesia.

DEWAN PENGUJI

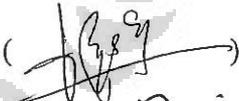
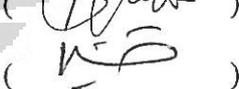
Pembimbing : Dr. Agus Sukarto Wismogroho

Pembimbing : Dr. Muhammad Aziz Majidi

Penguji : Dr. Agus Salam

Penguji : Dr. Budhy Kurniawan

Penguji : Dr. Suhardjo Poertadji

()
()
()
()
()

Ditetapkan di : Depok

Tanggal : Juli 2011

KATA PENGANTAR

Puji syukur saya panjatkan kepada Allah swt karena atas berkat dan rahmatNya, saya dapat menyelesaikan tesis ini. Penulisan tesis ini dalam rangka memenuhi salah satu syarat untuk mencapai gelar Magister Sains pada Program Studi Fisika Kekhususan Fisika Murni dan Terapan FMIPA UI. Saya menyadari bahwa tanpa bantuan dan bimbingan dari berbagai pihak, dari masa perkuliahan sampai pada penyusunan tesis ini, sangatlah sulit bagi saya untuk menyelesaikan tesis ini. Oleh karena itu, saya mengucapkan terima kasih kepada:

1. Bapak Dr. Yunus Daud selaku ketua Program Magister Fisika Program Pascasarjana FMIPA UI yang telah memberikan arahan dalam kuliah S2 ini.
2. Bapak Muhammad Aziz Majidi, PhD selaku Pembimbing Tesis juga dosen yang membimbing dan mengarahkan Penulis untuk menyelesaikan kuliah dan tesis ini.
3. Bapak Dr. Agus Sukarto Wismogroho MEng selaku Pembimbing Tesis yang membimbing dan mengarahkan Penulis melakukan penelitian di Pusat Penelitian Fisika LIPI Serpong sehingga dapat menyelesaikan tesis ini.
4. Bapak Wahyu Bambang Widayatno MSi yang telah membantu dan membimbing Penulis selama di Pusat Penelitian Fisika LIPI Serpong.
5. Bapak Parman yang banyak membantu Penulis di Sekretariat Program Studi Magister Fisika FMIPA-UI.
6. Papap, Mamah dan keluarga tercinta.
7. Zulham, yang banyak membantu Penulis di Fisika LIPI Serpong

Semoga tesis ini bermanfaat.

Depok, Juli 2011

Penulis

Mohamad Mufti

HALAMAN PERNYATAAN PERSETUJUAN PUBLIKASI
TUGAS AKHIR UNTUK KEPENTINGAN AKADEMIS

Sebagai sivitas akademik Universitas Indonesia, saya yang bertanda tangan di bawah ini :

Nama : Mohamad Mufti
NPM : 0806421294
Program Studi : Magister Fisika
Kekhususan : Fisika Murni dan Terapan
Departemen : Fisika
Fakultas : Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Jenis karya : Tesis

demi pengembangan ilmu pengetahuan, menyetujui untuk memberikan kepada Universitas Indonesia Hak Bebas Royalti Noneksklusif (Non-exclusive Royalty-Free Right) atas karya ilmiah saya yang berjudul :

“Studi Pembuatan Partikel Nano Cu_2O Dengan Metoda Mechanical Trapping”

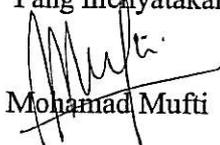
beserta perangkat yang ada (jika diperlukan). Dengan Hak Bebas Royalti Noneksklusif ini Universitas Indonesia berhak menyimpan, mengalihmedia/formatkan, mengelola dalam bentuk pangkalan data (database), merawat dan memublikasikan tugas akhir saya tanpa meminta izin dari saya selama tetap mencantumkan nama saya sebagai penulis/pencipta dan sebagai pemilik Hak Cipta.

Demikian pernyataan ini saya buat dengan sebenarnya.

Dibuat di : Depok

Pada tanggal : Juli 2011

Yang menyatakan


Mohamad Mufti

ABSTRAK

Nama : Mohamad Mufti
Program Studi : Ilmu Fisika
Kekhususan : Fisika Murni dan Terapan
Judul tesis : Studi Pembuatan Partikel Nano Cu_2O Dengan Metode Mechanical Trapping

Partikel yang diperoleh hasil mechanical milling pada umumnya masih dalam orde mikro meskipun sudah berstruktur nano. Pengalaman milling dengan HEM-E3D, ukuran partikel berkisar pada 400 nm ke atas yang disebabkan terjadinya aglomerasi. Metoda baru mechanical trapping dikembangkan untuk memperoleh partikel nano tunggal. Mechanical trapping merupakan penghancuran partikel partikel yang dituju dikondisikan terjebak atau dilapisi oleh partikel lain. Pada penelitian ini digunakan NaCl sebagai matrik penjebak. Hasil XRD menunjukkan bahwa partikel Cu_2O murni yang di mechanical milling selama 2 jam telah berstruktur nano ukuran kristal sebesar 6.27 nm. Hasil PSA dari mechanical milling selama 2 jam dari campuran Cu_2O dan NaCl dengan rasio 1 : 53 adalah partikel Cu_2O sebesar 22.8 nm dalam jumlah 99.8 %.

Kata kunci : mechanical milling, Cu_2O , NaCl, High Energy Milling, mechanical trapping

ABSTRACT

Name : Mohamad Mufti
Program of Study : Physics
Area of specialty : Pure and Applied Physics
Thesis title : Study on Synthesis of Cu₂O Nano Particle by Mechanical Trapping Method

Synthesized particle by mechanical milling is still in micro order generally even already have nano structure. Milling experience by HEM-E3D, the size is more than 400nm because particle agglomerate. Mechanical trapping new method is developed to synthesis single nano particle. Mechanical trapping is annihilation of particle which particle target is trapped or covered by other particle. In this research, NaCl is used as trapper matrix. XRD result show that pure Cu₂O particle which is mechanical milled in 2 hours have 6.27 nm crystal size. PSA result of mechanical milled Cu₂O : NaCl (1 : 53) in 2 hours show that particle size is 22.8nm (99.8 %).

Key words : mechanical milling, , Cu₂O, NaCl, High Energy Milling, mechanical trapping

DAFTAR ISI

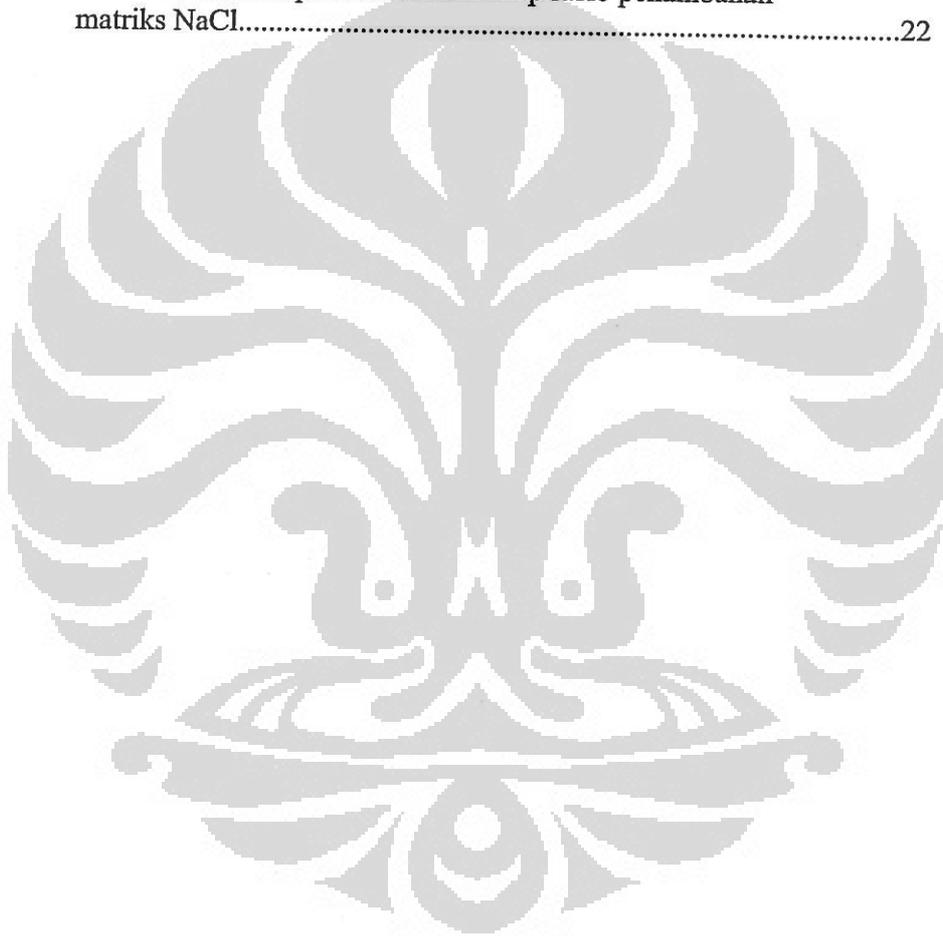
HALAMAN JUDUL.....	i
HALAMAN PERNYATAAN ORISINALITAS.....	ii
HALAMAN PENGESAHAN.....	iii
KATA PENGANTAR.....	iv
LEMBAR PERSETUJUAN PUBLIKASI TUGAS AKHIR.....	v
ABSTRAK.....	vi
DAFTAR ISI.....	viii
DAFTAR GAMBAR.....	ix
DAFTAR TABEL.....	x
DAFTAR LAMPIRAN.....	xi
BAB 1 PENDAHULUAN.....	1
1.1 Latar Belakang.....	1
1.2 Rumusan Masalah.....	1
1.3 Tujuan Penelitian.....	1
1.4 Batasan Penelitian.....	2
BAB 2 TINJAUAN PUSTAKA.....	3
2.1 Cu ₂ O.....	3
2.2 NaCl.....	3
2.3 Pengukuran Waktu Sedimentasi.....	4
2.4 Pengukuran Kristal.....	6
2.5. Mechanical Trapping.....	9
BAB 3 METODOLOGI PENELITIAN.....	17
3.1 Diagram Alir Penelitian.....	17
3.2 Variabel Penelitian.....	18
3.3 Bahan.....	19
3.4 Peralatan.....	19
3.5 Prosedur Penelitian.....	20
BAB 4 HASIL DAN PEMBAHASAN.....	21
4.1 Waktu Pengendapan.....	21
4.2. Analisa Hasil XRD.....	23
4.3 Analisa Hasil PSA.....	26
BAB 5 KESIMPULAN DAN SARAN.....	28
5.1 Kesimpulan.....	28
5.2 Saran.....	28
DAFTAR REFERENSI.....	29
DAFTAR LAMPIRAN.....	30

DAFTAR GAMBAR

	Halaman
Gambar 2.1 Kristal Cu_2O	3
Gambar 2.2 Kristal NaCl	4
Gambar 2.3 Viskosimeter Bola Jatuh	5
Gambar 2.4 (a) Partikel yang terdiri dari berbagai ukuran Kristal (b) bentuk Kristalit	6
Gambar 2.5 <i>Full Width at Half Maximum</i> (FWHM)	7
Gambar 2.6 Bola giling dan wadah penggilingan	11
Gambar 2.7 Hubungan antara perbandingan berat bola giling terhadap berat serbuk terhadap waktu penggilingan dan ukuran partikel..	13
Gambar 2.8 Hubungan antara temperature penggilingan terhadap waktu pemaduan dan ukuran partikel	14
Gambar 2.9 Mekanisme tumbukan serbuk – bola	15
Gambar 2.10 Perubahan ukuran serbuk terhadap waktu penggilingan	16
Gambar 3.1 Diagram alir penelitian	17
Gambar 3.2 <i>High Energy Milling</i> HEM E3D	19
Gambar 3.3 Alat Particle Size Analyzer.....	20
Gambar 4.1 Waktu Pengendapan.....	21
Gambar 4.2 Distribusi ukuran partikel sebagai fungsi waktu pengendapan..	22
Gambar 4.3 Perbandingan hasil XRD sampel Cu_2O sebelum dan sesudah 2 jam milling.....	23
Gambar 4.4 Plot puncak-puncak fasa Cu_2O untuk sampel yang belum dimilling.....	24
Gambar 4.5 Plot puncak-puncak fasa Cu_2O untuk sampel hasil milling 2 jam	25
Gambar 4.6 Hasil PSA untuk $\text{Cu}_2\text{O} : \text{NaCl} = 1 : 1$	26
Gambar 4.7 Hasil PSA untuk $\text{Cu}_2\text{O} : \text{NaCl} = 1 : 53$	27

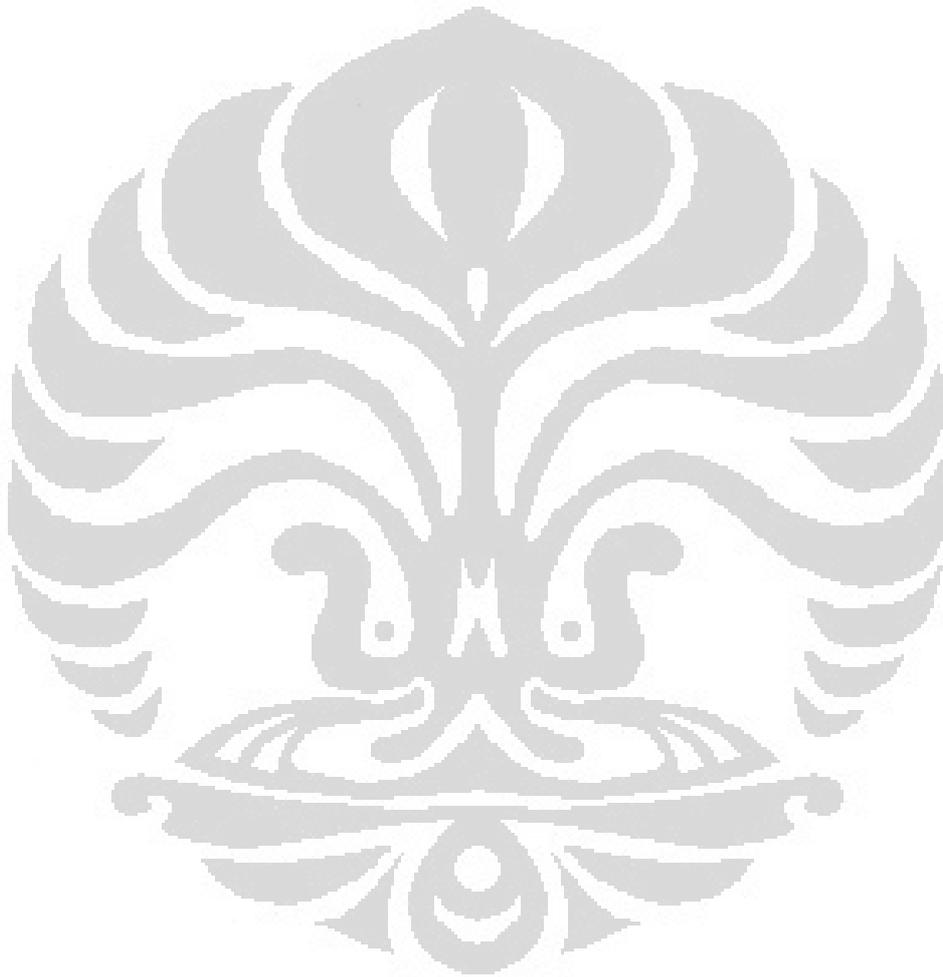
DAFTAR TABEL

	Halaman
Tabel 2.1 Viskositas cairan pada berbagai suhu (dalam satuan Poise).....	5
Tabel 2.2 Spesifikasi HEM – E3D.....	11
Tabel 3.1 Variabel komposisi campuran serbuk.....	19
Tabel 4.1 Distribusi ukuran partikel untuk setiap rasio penambahan matriks NaCl.....	22



DAFTAR LAMPIRAN

Perhitungan Ukuran Kristal	30
----------------------------------	----



BAB 1

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Mechanical alloying ini adalah penghancuran partikel yang diikuti dengan perubahan fasa, sedangkan pada mechanical milling tidak diikuti dengan perubahan fasa.

Teknik pemaduan mekanik (mechanical alloying) akan menghasilkan material nanokristalin yang memiliki ukuran butir dalam skala nanometer sehingga akan memperbaiki sifat fisik dan sifat mekanis paduan [HongweiShi, nd; Krasnowski,2007]. Teknik pemaduan mekanik ini menjadi proses pemaduan yang populer karena dilakukan pada suhu rendah sehingga akan menghasilkan biaya proses yang rendah [Krasnowski,2007].

1.2 Rumusan Masalah

Adapun rumusan masalah dalam penelitian ini adalah sebagai berikut;

- Sintesa partikel yang diperoleh dari mechanical milling masih berorde mikro yang disebabkan karena terbentuknya aglomerasi ketika proses penumbukan meskipun sudah berstruktur nano.
- Pengalaman milling dengan HEM-E3D hanya sampai 400nm. Bagaimana metode mechanical trapping mengatasi masalah ini

1.3 Tujuan Penelitian

Adapun tujuan yang ingin didapatkan dalam penelitian ini adalah :

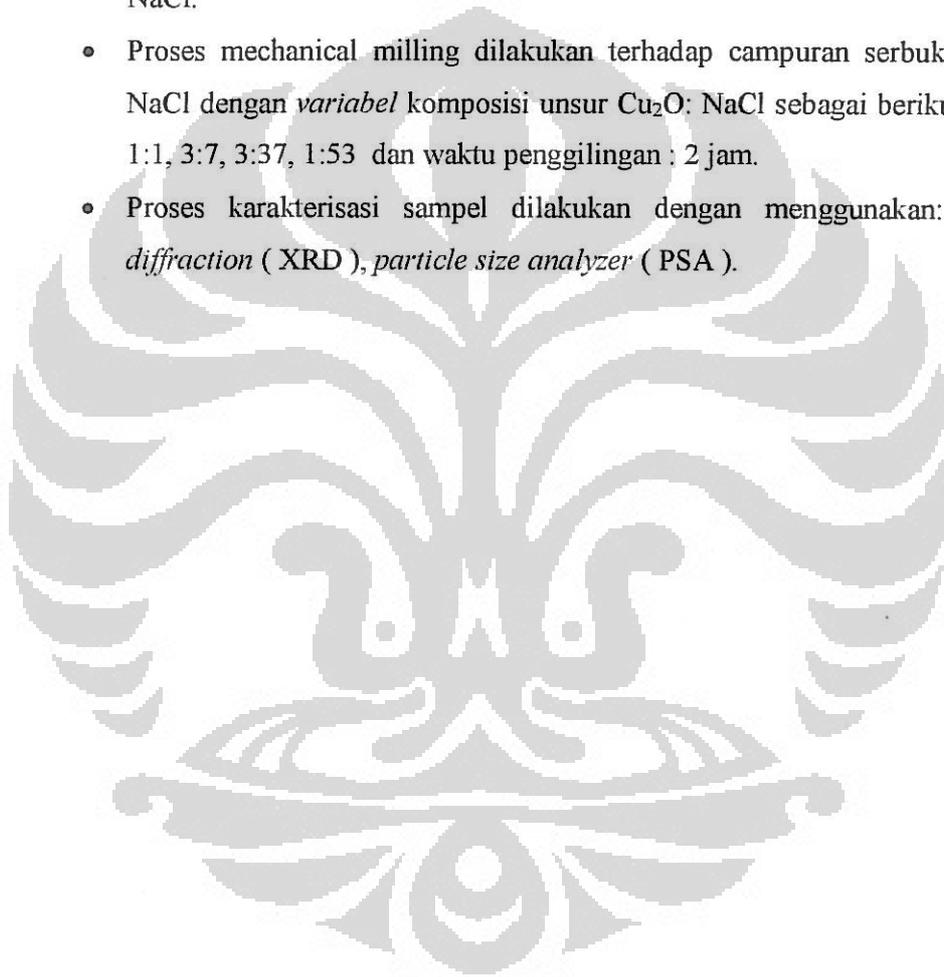
Universitas Indonesia

- Untuk mengetahui apakah mechanical trapping dengan ball milling dapat membuat partikel nano di bawah ukuran partikel yang dapat dibuat selama ini

1.4 Batasan Penelitian

Adapun batasan dalam penelitian ini adalah sebagai berikut:

- Material yang digunakan terdiri dari : serbuk Cu_2O teknis, garam dapur NaCl .
- Proses mechanical milling dilakukan terhadap campuran serbuk Cu_2O - NaCl dengan *variabel* komposisi unsur Cu_2O : NaCl sebagai berikut : 1:0, 1:1, 3:7, 3:37, 1:53 dan waktu penggilingan : 2 jam.
- Proses karakterisasi sampel dilakukan dengan menggunakan: *X-ray diffraction (XRD)*, *particle size analyzer (PSA)*.



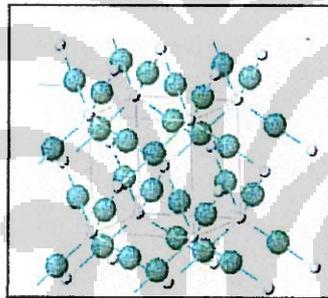
BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Tembaga (I) Oksida /Kuproksida /Cu₂O

Berwujud serbuk merah/cokelat yang tak mampu larut dalam air tapi dapat larut dalam amonia, dalam asam halida pekat, alkali hidroksida dan dalam oksidasi asam encer dengan membentuk Cu dan Cu²⁺. Titik lelehnya 1232°C, titik didihnya 1800°C. Cu₂O ditemui di alam sebagai mineral kuprit. [Arsyad, 2001]

Cu₂O adalah padatan kovalen yang mudah direduksi dengan hidrogen dalam keadaan panas dan akan teroksidasi di udara panas menjadi CuO. Dalam larutan-larutan asam ia mengalami disproporsionasi dan membentuk ion Cu⁺⁺ dan Cu. Misalnya dalam HCl pekat akan membentuk ion kompleks [CuCl₂]⁻. Cu₂O dapat dipakai sebagai bahan pembuat keramik/kaca merah, katalis, fungisida dan sebagainya.



Gambar 2.1 Kristal Cu₂O [Hafner, SS , 1983]

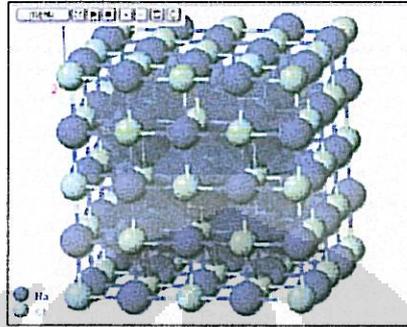
2.2 Garam Dapur / Natrium Klorida / NaCl

Zat padat berwarna putih yang dapat diperoleh dengan menguapkan dan memurnikan air laut. Juga dapat dengan netralisasi HCl dan NaOH berair. NaCl nyaris tak dapat larut dalam alkohol, tetapi larut dalam air sambil menyerap panas, perubahan kelarutannya sangat kecil dengan suhu. Garam dapur sangat besar manfaatnya, misalnya dalam pengawetan makanan atau membumbui masakan.

Universitas Indonesia

Sedangkan dalam industri banyak pula digunakan antara lain untuk pembuatan natrium karbonat, NaOH dan sabun.

Titik leleh 801 °C dan titik didih 1465 °C.



Gambar 2.2 Kristal NaCl [Finger, L. W. 1978]

2.3 Pengukuran Waktu Sedimentasi

Pada penelitian ini, kita menghitung waktu sedimentasi dari partikel yang diuji.

Benda bulat dengan radius r dan kerapatan ρ , yang jatuh karena gaya gravitasi melalui fluida dengan kerapatan ρ_m akan dipengaruhi oleh gaya gravitasi sebesar [Sukardjo, 1989, p.109]

$$F_1 = \frac{4}{3} \pi r^3 (\rho - \rho_m) g \quad (2.1)$$

Benda yang jatuh mempunyai kecepatan yang makin lama makin besar. Tetapi dalam medium ada gaya gesek yang makin besar bila kecepatan benda jatuh makin besar. Pada saat kesetimbangan, besarnya kecepatan benda jatuh tetap v . Menurut George G. Stokes, untuk benda bulat tersebut besarnya gaya gesek pada kesetimbangan [Sukardjo, 1989, p.110]

$$F_2 = 6 \pi r \eta v \quad (2.2)$$

η koefisien viskositas dan v kecepatan

Universitas Indonesia

Hukum Stokes merupakan dasar viskosimeter bola jatuh.



Gambar 2.3 . Viskosimeter bola jatuh

Pada saat gaya gravitasi sebanding dengan gaya gesek

$$F_1 = F_2 \quad (2.3)$$

$$\frac{4}{3} \pi r^3 (\rho - \rho_m) g = 6 \pi r \eta v \quad (2.4)$$

$$\eta = \frac{2}{9} r^2 (\rho - \rho_m) g / v \quad (2.5)$$

Dengan mensubstitusi $r = \frac{1}{2} d$, maka diperoleh

$$\eta = \frac{d^2 (\rho - \rho_m) g}{18 v} \quad (2.6)$$

Adapun viskositas cairan pada variasi temperatur seperti di bawah ini

Cairan	Suhu °C					
	0	10	20	30	40	50
Air	0.0179	0.0130	0.0101	0.0080	0.0065	0.0055
Gliserin	105.90	34.40	13.40	6.29	2.89	1.41
Bensin	0.0091	0.0076	0.0065	0.0056	0.0050	0.0044
Etanol	0.0177	0.0147	0.0120	0.0100	0.0083	0.0070

Tabel 2.1. Viskositas cairan pada berbagai suhu (dalam satuan Poise)
[Bird, 1987]

Untuk menghitung waktu pengendapan, disubstitusi kecepatan $v = S / t$ pada persamaan sehingga diperoleh [Sukardjo, 1989, p 110-111]

$$t = \eta \cdot 18 \cdot S / (d^2 (\rho - \rho_m) g) \quad (2.7)$$

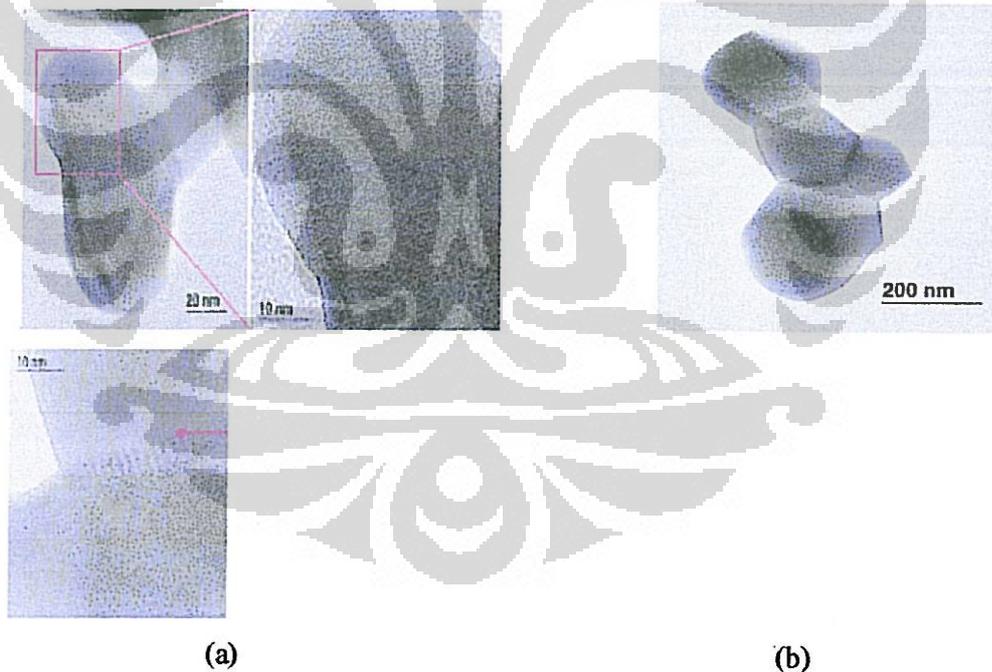
dengan S adalah jarak jatuh bola yang diamati.

Dengan demikian, diameter bola dapat dinyatakan sebagai berikut

$$d = \sqrt{((\eta \cdot 18 \cdot S) / ((\rho - \rho_m) \cdot g \cdot t))} \quad (2.8)$$

2.4 Pengukuran Kristal

Pengukuran ukuran kristal untuk mengetahui evolusi ukuran butir dalam skala nanoskristalin. Kristalit merupakan bagian dari partikel. Jika ukuran kristalit berada pada ukuran 100 nm maka dapat dikatakan bahwa ukuran kristalit sama dengan ukuran butir.



Gambar 2.4 (a) Partikel terdiri dari berbagai ukuran Kristal (b) bentuk Kristalit
[Estimating crystallite size using XRD, <http://prism.mit.edu/xray>, nd]

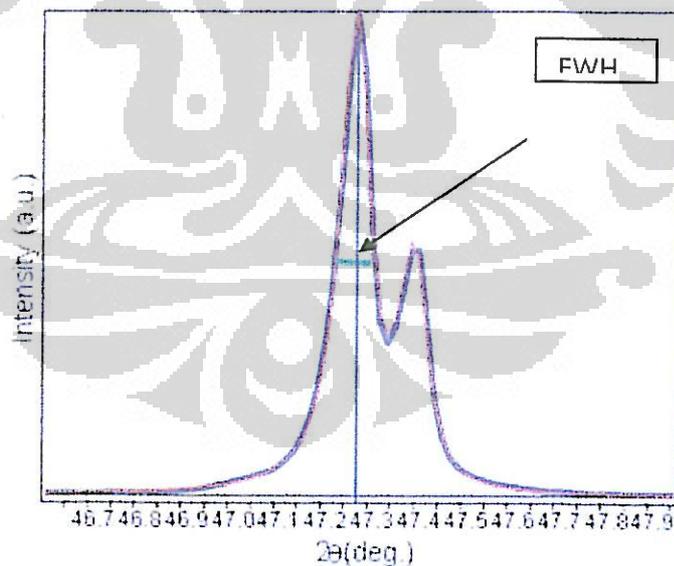
Universitas Indonesia

Perhitungan ukuran kristalit dapat dilakukan dengan menggunakan pola difraksi hasil pengujian *X-ray Diffraction* (XRD). Ukuran kristalit dapat dilakukan dengan menggunakan profil puncak XRD yang diamati. Semakin kecil ukuran kristal maka intensitas puncak grafik XRD semakin rendah dan lebar.

Pelebaran pada puncak XRD dapat dikarenakan oleh tiga hal yaitu instrument, ukuran kristalit dan regangan mikro. Untuk menghitung ukuran Kristal, digunakan persamaan *Scherrer* berikut [L.Lu dan M.O. Lai, 1998]

$$D_v = \frac{K\lambda}{\beta \cos\theta} \quad (2.9)$$

Dimana: D_v = ukuran Kristal (nm), K = konstanta *Scherrer*, λ = panjang gelombang (Å) dan β = *Full Width at Half Maximum* (FWHM) (derajat). Nilai konstanta *Scherrer* diasumsikan sama dengan 1, sedangkan *Full Width at Half Maximum* (FWHM) adalah besarnya pelebaran suatu puncak pola difraksi grafik hasil pengujian *X-ray diffraction* (XRD) pada titik di ketinggian setengah puncak tersebut [*Line broadening analysis*, <http://www.boulder.nist.gov/div853>, nd]



Gambar 2.5 Full Width at Half Maximum (FWHM) [*Estimating crystallite size using XRD*, <http://prism.mit.edu/xray>, nd]

Akibat adanya pengaruh regangan, ukuran Kristal dan alat pada pola difraksi grafik hasil uji X-ray diffraction (XRD), maka dengan menggunakan metode lorentzian, β dapat didefinisikan sebagai berikut [L.Lu dan M.O. Lai, 1998] :

$$\beta_{obs} = \beta_{size} + \beta_{strain} + \beta_{ins}. \quad (2.10)$$

$$\{\beta_{obs} - \beta_{inst}\} = \beta_{size} + \beta_{strai} \quad (2.11)$$

Dengan menyubstitusi persamaan $\beta = 4\epsilon_{str} \tan \theta$ sebagai β_{strain} dan persamaan $\beta = K\lambda / D_v \cos \theta$ sebagai β_{size} , menyubstitusi nilai K serta mengalikan kedua ruas dengan $\cos \theta$, maka didapatkan persamaan berikut [L.Lu dan M.O. Lai, 1998] :

$$\{\beta_{obs} - \beta_{inst}\} \cos \theta = \frac{K\lambda}{D_v} + 4\epsilon_{str} \sin \theta \quad (2.12)$$

Kemudian dengan menggunakan metode *Williamson – Hall*, persamaan tersebut akan dianggap sebagai persamaan garis lurus, yaitu $y = a+mx$, dengan memplot $\{\beta_{obs} - \beta_{inst}\} \cos \theta$ pada sumbu y dan $4\sin \theta$ pada sumbu x. Lalu, dengan mensubstitusi nilai-nilai posisi puncak pola difraksi hasil pengujian *X-ray diffraction* (XRD) ke persamaan garis lurus tersebut, maka akan didapatkan nilai ukuran Kristal D_v rata-rata dan ϵ_{str} dari setiap puncak grafik pola difraksi

2.5. Mechanical Trapping

Mechanical milling adalah penghancuran partikel yang tidak diikuti dengan perubahan fasa sedangkan mechanical alloying adalah penghancuran partikel yang diikuti dengan perubahan fasa.

Fenomena mechanical alloying merupakan fenomena pembentukan paduan baru yang dikarenakan persentuhan antar atom bahan pepadu pada level nano. Milling mencapai level nano.

Partikel yang diperoleh masih dalam orde mikro, yang disebabkan karena terbentuknya aglomerasi ketika proses penumbukan, meskipun sudah berstruktur nano. Pengalaman milling dengan HEM-E3D, ukuran berhenti di 400 nm.

Metoda baru mechanical trapping untuk memperoleh partikel nano tunggal. Mechanical trapping merupakan penghancuran partikel dimana partikel yang dituju dikondisikan terjebak atau dilapisi oleh partikel lain. Pada penelitian ini digunakan metoda NaCl sebagai matrik penjebak. Dalam kondisi ini partikel Cu_2O terjaga dalam bentuk partikel tunggal.

2.5.1 Komponen Mechanical Trapping

Ada empat komponen penting yang harus diperhatikan, yaitu: bahan baku, bola giling, wadah penggilingan dan alat penggiling bola.

2.5.1.1 Bahan Baku

Bahan baku yang digunakan adalah serbuk. Semakin kecil ukuran partikel serbuk yang digunakan, maka proses milling akan semakin efektif dan efisien. Selain itu, serbuk yang digunakan juga harus memiliki kemurnian yang sangat tinggi.

2.5.1.2 Bola giling

Fungsi bola giling adalah sebagai penghancur dan pemadu campuran serbuk sehingga terbentuk suatu paduan baru. Oleh karena itu, material pembentuk bola giling harus memiliki kekerasan yang sangat tinggi agar tidak terjadi kontaminasi saat terjadi benturan dan gesekan antara serbuk, bola dan wadah penggilingan. Material yang dapat digunakan untuk melakukan proses tersebut antara lain: baja tahan karat, baja karbon, baja perkakas dan baja kromium [Suryanarayana, C 2001].

2.5.1.3 Wadah Penggilingan

Wadah penggilingan merupakan media yang digunakan untuk menahan gerakan bola – bola giling dan serbuk ketika proses penggilingan berlangsung. Akibat yang ditimbulkan dari proses penahanan gerak bola – bola giling dan serbuk tersebut adalah terjadinya benturan antara bola – bola giling, serbuk dan wadah penggilingan sehingga menyebabkan terjadinya proses pengelasan dingin dan penghancuran campuran serbuk secara berulang dalam proses pemaduan mekanik [Suryanarayana, C 2001].

Jika material yang digunakan sebagai wadah penggilingan sama dengan material serbuk yang akan digiling, maka proses penghancuran serbuk tidak akan efektif dan efisien karena kedua material tersebut memiliki kekerasan yang sama. Sedangkan jika kedua material yang digunakan tersebut berbeda, maka akan terjadi kontaminasi pada material serbuk yang akan digiling. Untuk menghindari terjadinya kontaminasi serbuk akibat benturan yang terjadi selama proses penggilingan berlangsung, maka material yang digunakan sebagai wadah penggilingan harus memiliki kekerasan yang lebih tinggi dibandingkan dengan kekerasan material serbuknya. Material yang dapat digunakan sebagai wadah penggilingan antara lain: baja perkakas, baja kromium dan baja tahan karat [Suryanarayana, C 2001].



Gambar 2.6 Bola giling dan wadah penggilingan [Suryanarayana,C 2001]

2.5.1.4 Alat Penggiling Bola

Ada beberapa jenis alat penggiling bola yang dapat digunakan untuk melakukan proses pemaduan mekanik, antara lain: planetary ball mill, conventional horizontal ball mill, horizontal ball mill controlled by magnetic force, attritor mill dan shaker ball mill [L.Lu dan MO Lai, 2007] . Alat – alat penggiling bola tersebut terus dikembangkan untuk meningkatkan keefektifan dan efisiensinya dalam proses pemaduan mekanik. HEM – E3D, salah satu jenis shaker ball mill, merupakan generasi termutakhir alat penggiling bola yang dapat melakukan proses pemaduan mekanik dengan tingkat efektifitas dan efisiensi yang tinggi.

Tabel 2.2 Spesifikasi HEM – E3D [R, Nurul T et al, 2007]

Spesifikasi	Nilai
Dimensi	70 cm x 60 cm x 40 cm
Berat	63 kg (tanpa wadah penggilingan)
Sumber daya	380 volt
Daya Motor	0,5 PK
Kecepatan Motor	0 rpm – 1400 rpm

2.5.1.5 Prinsip Kerja HEM

Dalam proses pemaduan mekanik, HEM-E3D bekerja dengan cara menghancurkan campuran serbuk melalui mekanisme pembenturan bola – bola giling yang bergerak mengikuti pola gerakan wadahnya yang berbentuk elips tiga dimensi. Pola gerakan elips tiga dimensi inilah yang memungkinkan pembentukan partikel – partikel serbuk berskala nanometer akibat tingginya frekuensi tumbukan. Tingginya frekuensi tumbukan yang terjadi antara campuran serbuk dengan bola – bola giling disebabkan karena wadah yang berputar dengan kecepatan tinggi, yaitu mencapai 1400 rpm, dan bentuk pola gerakan yang berbentuk elips tiga dimensi tersebut.

2.5.2 Parameter Proses

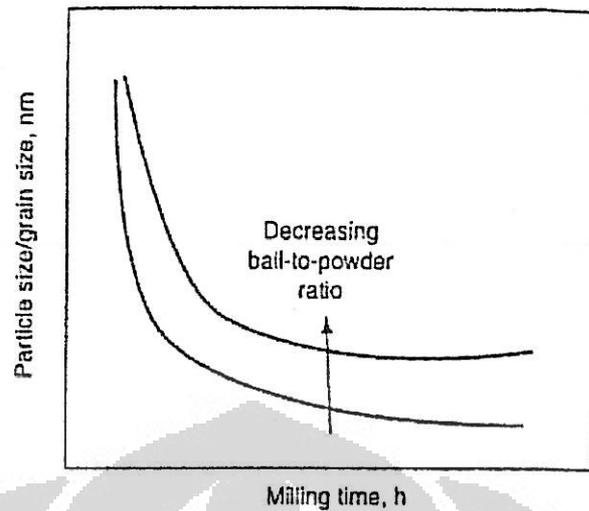
Parameter proses yang harus diperhatikan antara lain: kecepatan dan waktu penggilingan, perbandingan berat bola terhadap berat serbuk, volume pengisian wadah penggilingan dan temperatur penggilingan.

2.5.2.1 Kecepatan dan waktu penggilingan

Semakin cepat proses penggilingan, maka semakin cepat pula proses penghancuran campuran serbuk. Namun, jika kecepatan penggilingan terlalu tinggi, maka temperatur komponen – komponen pemaduan mekanik akan meningkat. Di satu sisi, kenaikan temperature ini akan mempercepat proses difusi sehingga terjadi pemaduan mekanik. Namun, di sisi lain, kenaikan temperature ini juga dapat menyebabkan terjadinya kontaminasi pada campuran serbuk [Suyanarayana,C 2011].

2.5.2.2 Perbandingan berat bola terhadap berat serbuk

Untuk skala kecil atau laboratorium, umumnya jumlah perbandingan berat bola terhadap berat serbuk yang digunakan sekitar 10:1. Sedangkan untuk skala besar atau industri, jumlah perbandingan berat bola dengan terhadap berat serbuk yang digunakan dapat mencapai 100:1 .



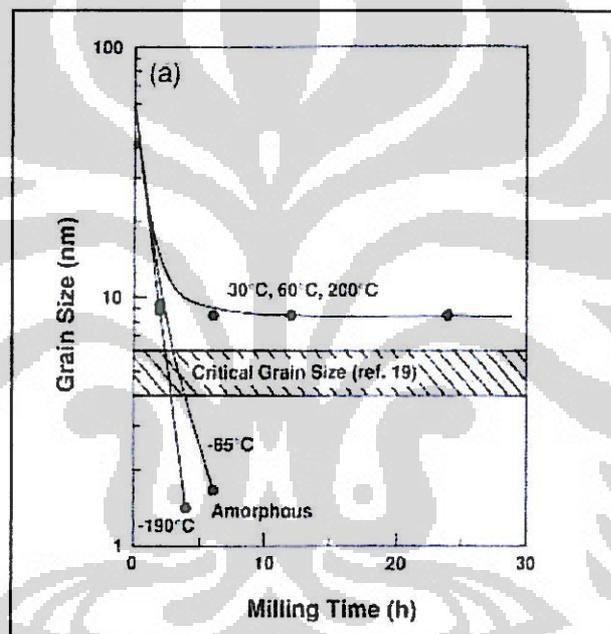
Gambar 2.7 Hubungan perbandingan berat bola giling terhadap berat serbuk terhadap waktu penggilingan dan ukuran partikel [Suryanarayana, C 2001]

2.5.2.3 Volume Pengisian Wadah Penggilingan

Jumlah maksimal bola – bola giling dan serbuk yang dimasukkan kedalam wadah penggilingan tidak melebihi 50% volume wadahnya. Hal ini dimaksudkan agar proses penggilingan berlangsung dengan efektif dan efisien. Jika volumenya kurang dari 50 %, maka proses penggilingan berlangsung lebih cepat, tetapi jumlah campuran serbuk yang dimasukkan ke dalam wadah penggilingan sangat sedikit sehingga hanya cocok untuk proses pemaduan mekanik skala kecil atau laboratorium. Sedangkan, jika volumenya lebih dari 50 % , maka proses penggilingan berlangsung lebih lama akibat terbatasnya ruang gerak bola – bola giling sehingga energi impaknya terhadap campuran serbuk tidak maksimal [Suryanarayana, C 2001].

2.5.2.4 Temperatur Penggilingan

Penelitian sebelumnya menunjukkan bahwa temperature penggilingan akan mempengaruhi waktu penggilingan yang diperlukan pada proses pemaduan dan ukuran dari partikel campuran serbuk yang terbentuk. Semakin rendah temperature penggilingan, maka waktu pemaduan semakin singkat dan ukuran partikelnya semakin kecil [Suryanarayana,C 2001]. Pengaruh temperatur penggilingan terhadap waktu pemaduan dan ukuran partikel tampak pada gambar berikut.



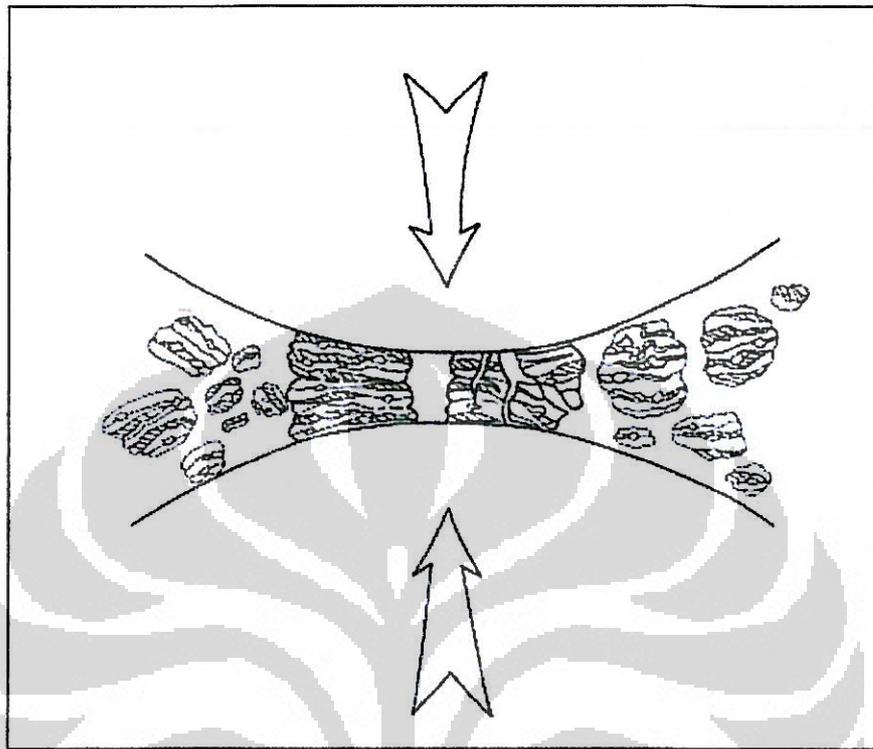
Gambar 2.8 Hubungan antara temperature penggilingan terhadap waktu pemaduan dan ukuran partikel [Suryanarayana,C 2001]

2.5.3 Tahapan Penggilingan

Jika ditinjau dari mikrostrukturnya, pada tahapan awal partikel serbuk mengalami gaya tekan akibat benturan dari bola giling. Pada tahapan ini terjadi mikro forging yang dapat berubah bentuk dari partikel serbuk. Penghancuran dilakukan secara berulang – ulang. Pada tahapan ini sedikit ditemukan pengelasan

Universitas Indonesia

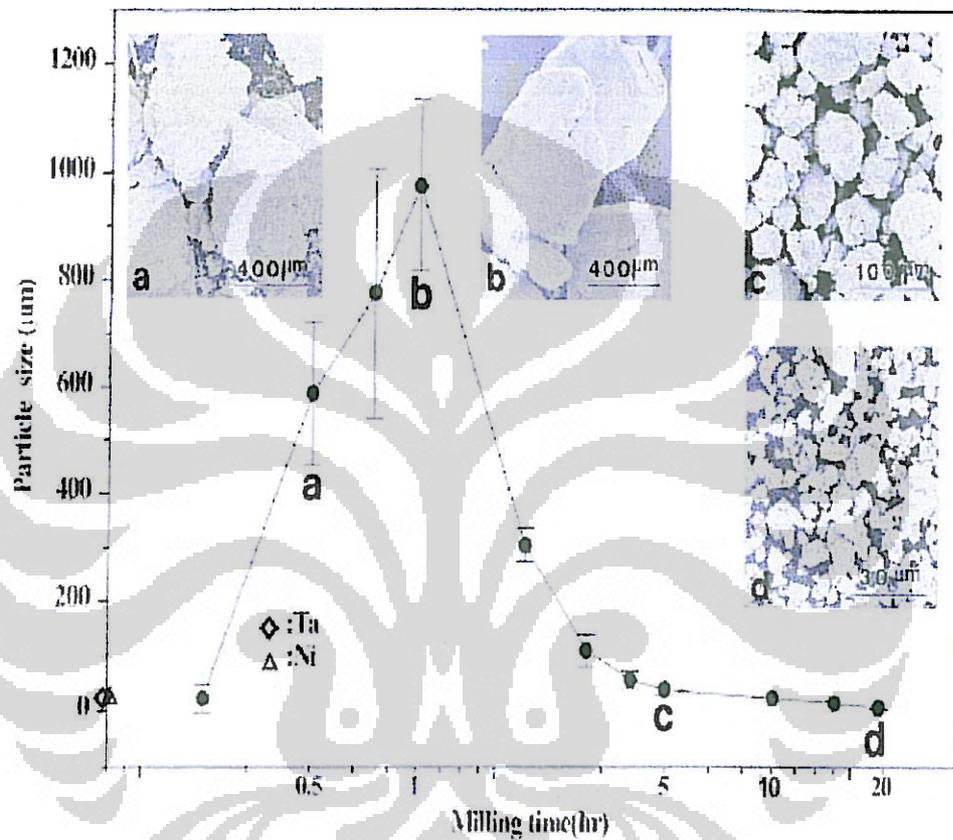
dingin dalam partikel serbuk.. Karena gaya tekan yang tinggi maka luas permukaan dari partikel serbuk menjadi besar..



Gambar 2.9 Mekanisme tumbukan serbuk – bola [Suryanarayana,C 2001]

Pada tahap pertengahan, proses pengelasan dingin lebih dominan terjadi daripada proses penghancuran. Deformasi plastic yang besar akan menghasilkan struktur yang berlapis. Proses perpatahan dan pengelasan dingin yang terjadi pada tahapan ini menghasilkan lamella yang terorientasi secara acak. Struktur yang berlapis ini lebih diperhalus. Ketebalan dari lamella menjadi berkurang. Komposisi kimia pada tahapan ini masih belum homogen. Perubahan dari ketebalan lamella ini tergantung dari energi penghancuran, sifat mekanis serbuk dan waktu penggilingan.

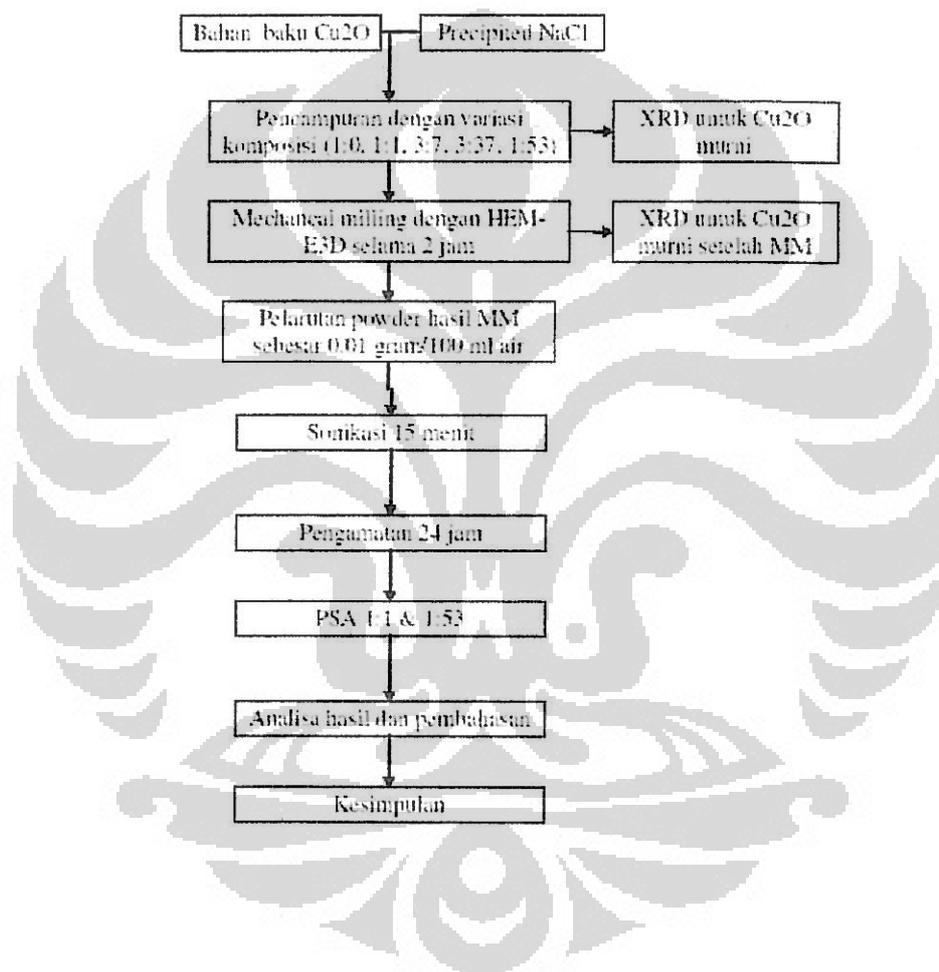
Pada tahapan akhir terjadi proses penghalusan ukuran partikel. Mikrostruktur dari partikel akan lebih homogen dan struktur lamella tidak lagi ditemukan. Paduan yang sesungguhnya terbentuk pada tahapan ini. Partikel yang lebih homogen ini terjadi karena terjadi kesetimbangan antara perpatahan dan pengelasan dingin.



Gambar 2.10 Perubahan ukuran serbuk terhadap waktu penggilingan
[Suryanarayana, C 2001]

BAB III METODOLOGI PENELITIAN

3.1. Diagram Alir Penelitian



Gambar 3.1 Diagram alir penelitian

Tahapan penelitian ini dimulai dengan pembuatan disain pencampuran antara bahan yang akan disintesis menjadi partikel nano (Cu_2O) dengan bahan yang akan menjadi matriks penjebak/penyelubung (NaCl). Disain pencampuran dengan variasi komposisi ditentukan berdasarkan hipotesis mekanisme penjebakan/penyelubungan partikel nano Cu_2O oleh matriks NaCl , yang akan dijelaskan lebih detil di bagian selanjutnya.

Setelah disain pencampuran dan variasi perbandingan komposisi material terselubung dengan matriks penyelubung ditentukan, proses milling dilakukan selama dua jam untuk mendapatkan efek mechanical trapping dari Cu_2O dalam matriks NaCl .

Sampel murni (tanpa tambahan NaCl) yang telah dimilling selama 2 jam kemudian dikarakterisasi menggunakan X-Ray Powder Diffraction untuk menunjukkan bahwa proses milling secara konvensional sebenarnya telah dapat menghasilkan material berstruktur nanometer meskipun tidak diberikan tambahan matriks penjebak. Sehingga sampel yang dimilling dengan tambahan NaCl tidak perlu lagi dikarakterisasi menggunakan XRD karena secara umum akan menunjukkan fenomena yang sama dengan sampel Cu_2O murni (terbentuknya nanostruktur).

Sampel yang telah dimilling kemudian disonikasi sebelum akhirnya dilakukan analisa ukuran partikel untuk mengetahui efektivitas teknik mechanical trapping yang digunakan. Sonikator yang digunakan merupakan sonikator pembersih kaca mata biasa.

3.2 Variabel Penelitian

Variabel penelitian yang akan diteliti adalah komposisi Cu_2O dalam campuran serbuk Cu_2O dan NaCl dan waktu penggilingan campuran serbuk tersebut adalah : 2 jam.

Universitas Indonesia

Tabel 3.1 Variabel komposisi campuran serbuk

Unsur	Persen atom (wt.%)				
	Komposisi A	Komposisi B	Komposisi C	Komposisi D	Komposisi E
Cu ₂ O	1	1	3	3	1
NaCl	0	1	7	37	53

3.3 Bahan

Material yang digunakan dalam penelitian ini adalah Cu₂O dengan kemurnian di atas 99% dan garam dapur NaCl.

3.4 Peralatan

Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini adalah

1. *High Energy Milling* HEM-E3D

Suatu alat *high energy milling* yang mempunyai 1 bejana penggiling digerakkan dengan motor secara tiga dimensi. HEM-E3D ini merupakan instrumen hasil kreasi Pusat Penelitian Fisika LIPI.

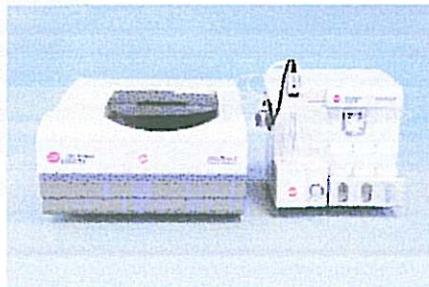


Gambar 3.2 *High Energy Milling* HEM E3D

2. *Particle Size Analyzer* (PSA)

Alat PSA yang digunakan pada penelitian ini adalah Delsa Nano Submicron Particle Size and Zeta Potential yang terdapat di Fisika LIPI Serpong. Alat ini menggunakan prinsip *dynamic light scattering* (DLS). Metode ini menggunakan media pendispersi untuk mendispersikan material uji.

Universitas Indonesia



Gambar 3.3. Alat Particle Size Analyzer

Pengukuran partikel dengan menggunakan PSA biasanya menggunakan metode basah untuk sampel dalam orde nanometer dan submicron. Hal ini dikarenakan partikel didispersikan ke dalam media sehingga partikel tidak saling beraglomerasi (menggumpal). Dengan demikian ukuran partikel yang terukur adalah ukuran dari *single particle*. Selain itu hasil pengukuran dalam bentuk distribusi, sehingga hasil pengukuran dapat diasumsikan sudah menggambarkan keseluruhan kondisi sampel.

3. X-Ray Diffraction (XRD)

Alat XRD yang digunakan pada penelitian ini adalah alat XRD tipe Philip PW7010 yang berada di PTBIN BATAN.

3.5. Prosedur Penelitian

Penggilingan dilakukan dengan menggunakan *high energy mill* HEM E3D yang dibuat oleh Pusat Penelitian Fisika-LIPI. Penggilingan dilakukan dalam suasana gas argon untuk mencegah terjadinya oksidasi. Bejana yang digunakan berukuran 100 ml yang terbuat dari bahan baja *chromium*. Bola penggiling yang digunakan terbuat dari baja chrome, dengan besar 10 mm dan 4 mm. Perbandingan bola dan serbuk (*ball powder ratio*) 10:1. Putaran diatur pada kecepatan 1476 RPM.

Pengambilan sampel dilakukan pada interval waktu 2 jam. Pengambilan sampel dilakukan di dalam *plastic besar* dalam suasana argon untuk mencegah terjadinya oksidasi.

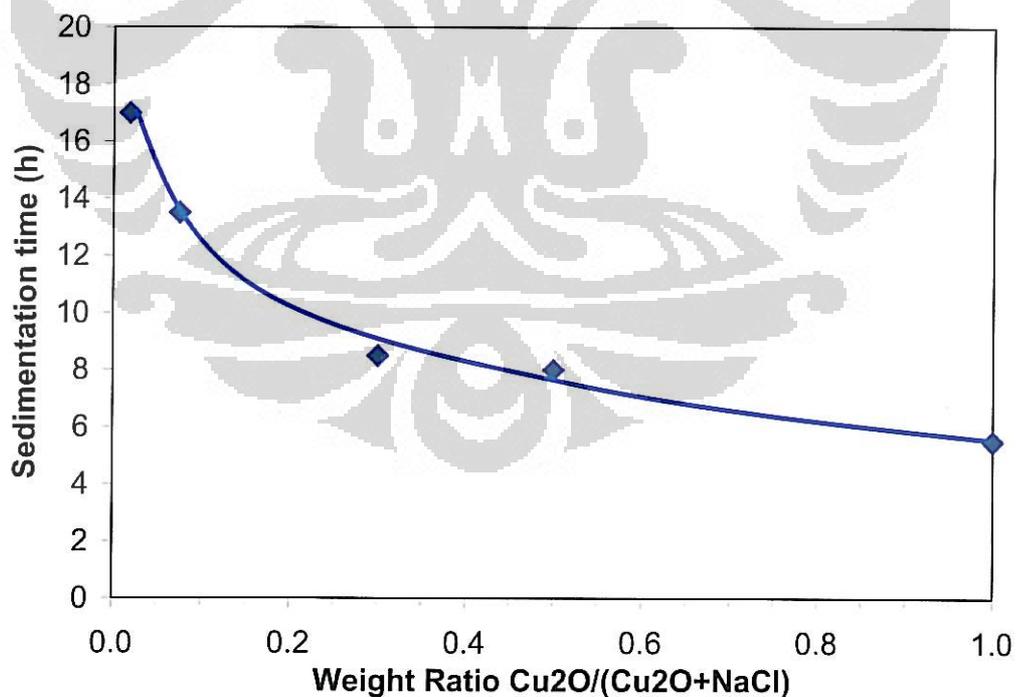
Universitas Indonesia

BAB IV

HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1 Analisa Waktu Pengendapan

Untuk melihat secara kualitatif efektivitas penambahan matriks pada sampel yang dimilling terhadap ukuran partikel yang dinyatakan secara implisit dengan waktu pengendapan, maka dilakukan uji pengendapan pada sampel. Gambar 4.4 menunjukkan hasil uji pengendapan dari sampel yang sudah dimilling selama dua jam. Dari Gambar 4.1 tersebut terlihat bahwa semakin kecil rasio Cu_2O , semakin lama waktu pengendapannya dan semakin kecil ukuran partikel Cu_2O yang diperoleh



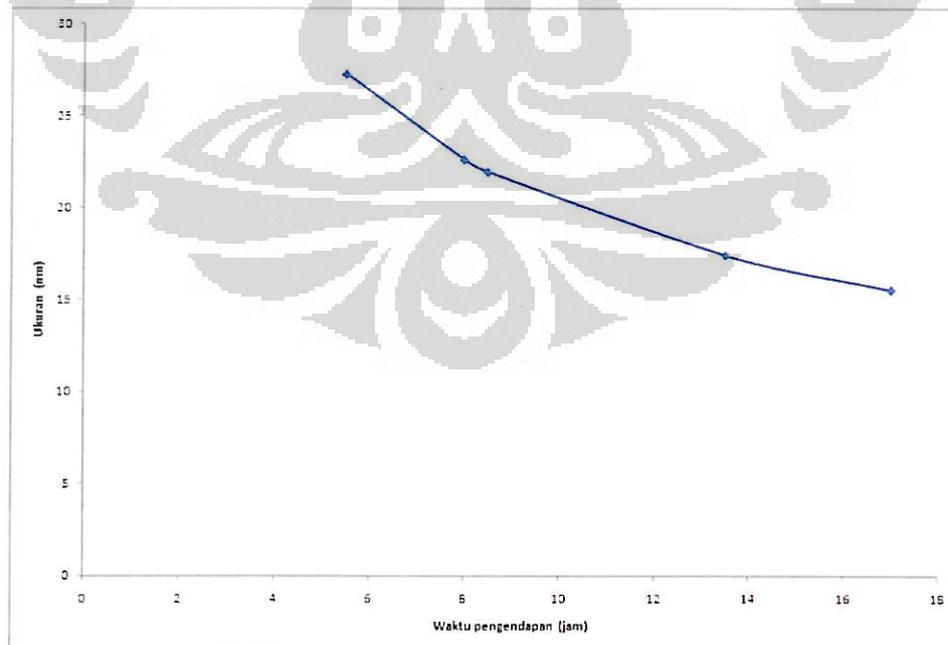
Gambar 4.1 Waktu Pengendapan

Prinsip dasar pengukuran partikel dengan cara pengendapan didasarkan pada hukum Stokes, dimana dinyatakan bahwa dalam suatu fluida laju pengendapan dari partikel akan mengalami kesetimbangan akibat pengaruh yang berlawanan dari gaya gravitasi dan gaya hambat yang ditimbulkan oleh viskositas atau kekentalan fluida.

Dari persamaan (2.8) dapat digambarkan distribusi ukuran partikel sebagai fungsi waktu pengendapan yang ditunjukkan oleh Tabel 4.1 dan Gambar 4.2. Dalam penghitungan ini, viskositas air dianggap viskositas air murni dalam keadaan tidak mengalir.

Tabel 4.1 Distribusi ukuran partikel untuk setiap rasio penambahan matriks NaCl

Rasio	Waktu Pengendapan (jam)	Ukuran Partikel (nm)
1.00	5.5	27.3
0.50	8	22.6
0.30	8.5	21.9
0.08	13.5	17.4
0.02	17	15.5

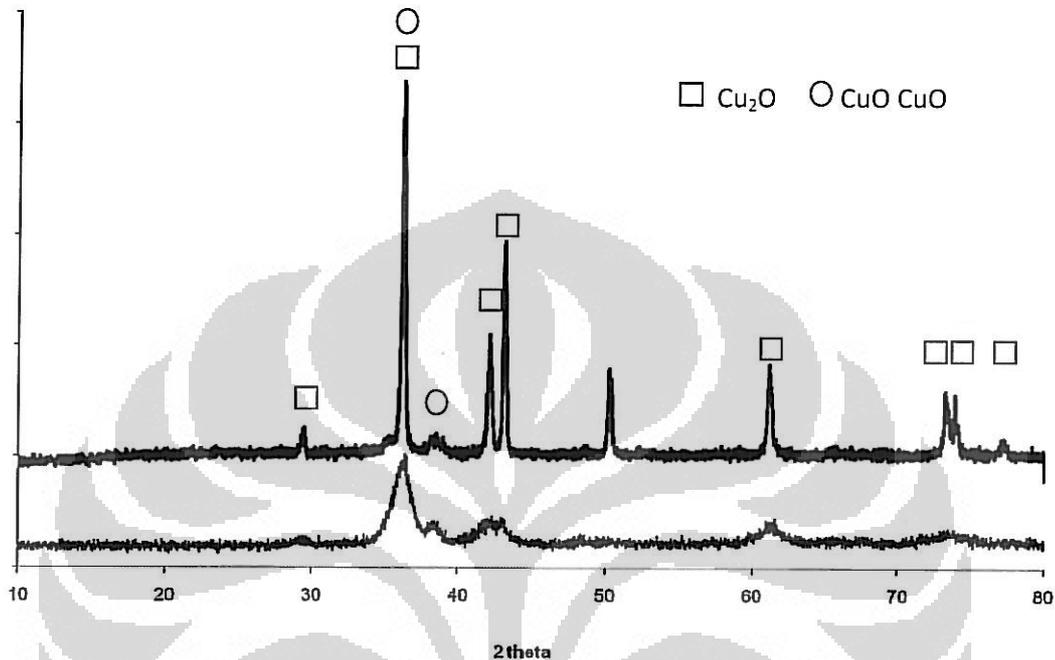


Gambar 4.2 Distribusi ukuran partikel sebagai fungsi waktu pengendapan

Universitas Indonesia

4.2 Analisa Hasil XRD

Gambar 4.3 menunjukkan grafik perbandingan kurva XRD sampel Cu_2O sebelum dan sesudah dimiling selama 2 jam.



Gambar 4.3 Perbandingan hasil XRD sampel Cu_2O sebelum dan sesudah 2 jam milling

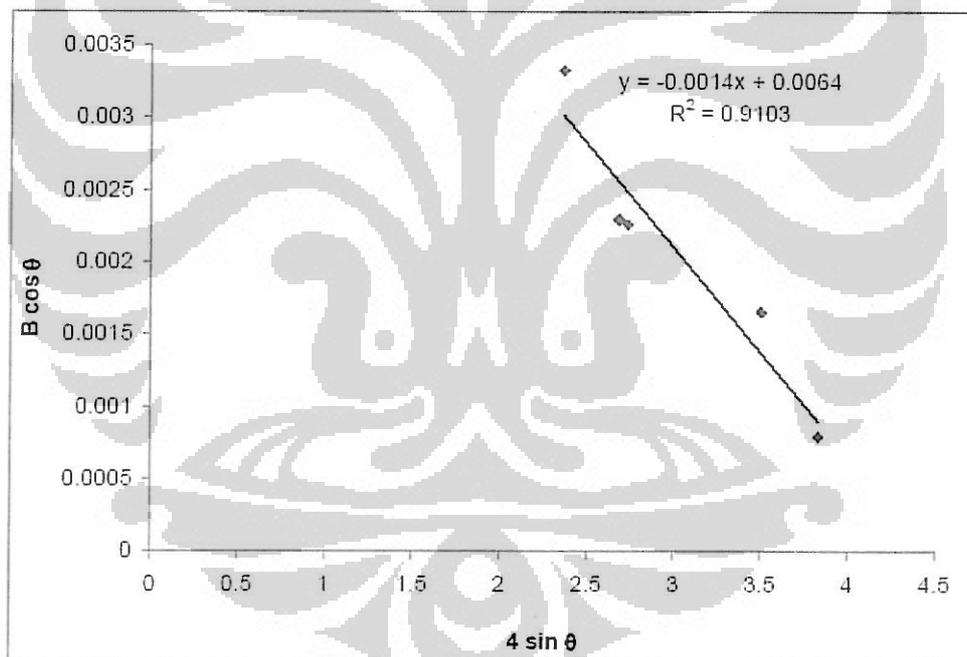
Dari Gambar 4.3 tersebut terlihat bahwa sampel awal sebelum dimilling didominasi oleh fasa Cu_2O dan sejumlah kecil fasa CuO . Hanya terlihat satu puncak yang tidak terdefinisi yang kemungkinan merupakan pengotor atau material tambahan yang dimasukkan ke dalam sampel, karena sampel yang digunakan merupakan Cu_2O teknis.

Setelah dimilling selama dua jam, terlihat adanya penurunan intensitas puncak yang sangat drastis dan pelebaran yang signifikan dari puncak utama fasa Cu_2O pada sudut sekitar 36.30° . Pelebaran puncak dan penurunan intensitas ini disebabkan oleh pengecilan ukuran kristal, terjadinya *microstrain*, dan kontribusi factor koreksi instrument XRD yang digunakan untuk karakterisasi. Dengan asumsi faktor koreksi instrument tidak berkontribusi pada pelebaran puncak, maka

kita dapat menghitung ukuran kristal dan *microstrain* pada sampel dengan menggunakan pendekatan Williamson-Hall pada rumus Scherrer.

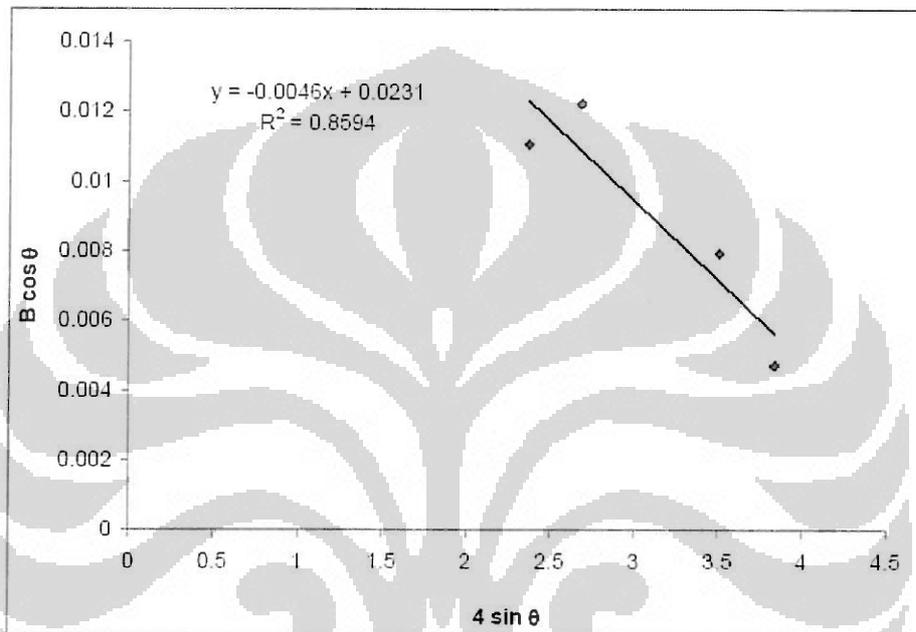
Dari persamaan (2.12) kita dapat menampilkan persamaan garis lurus $y = a + mx$ sehingga bisa kita dapatkan nilai ukuran kristal dan *microstrain* (ϵ).

Gambar 4.4 menunjukkan grafik hasil plot persamaan (2.12) dari puncak-puncak fasa Cu_2O untuk sampel yang belum dimilling. Dari hasil plot tersebut didapatkan konstanta persamaan linier a dan m masing-masing sebesar 0.0064 dan -0.0014. Ukuran kristal yang didapat berdasarkan persamaan (2.12) tersebut adalah 22.63 nm (perhitungan ukuran kristal di lembar Lampiran).



Gambar 4.4 Plot puncak-puncak fasa Cu_2O untuk sampel yang belum dimilling

Gambar 4.5 menunjukkan grafik hasil plot persamaan (2.12) dari puncak-puncak fasa Cu_2O untuk sampel yang dimilling selama dua jam. Dari hasil plot tersebut didapatkan konstanta persamaan linier a dan m sebesar 0.0231 dan -0.0046 dengan demikian, ukuran kristal yang didapat berdasarkan persamaan (2.12) tersebut adalah 6.27 nm dengan *microstrain* sebesar -0.0046 (perhitungan ukuran kristal di lembar Lampiran).



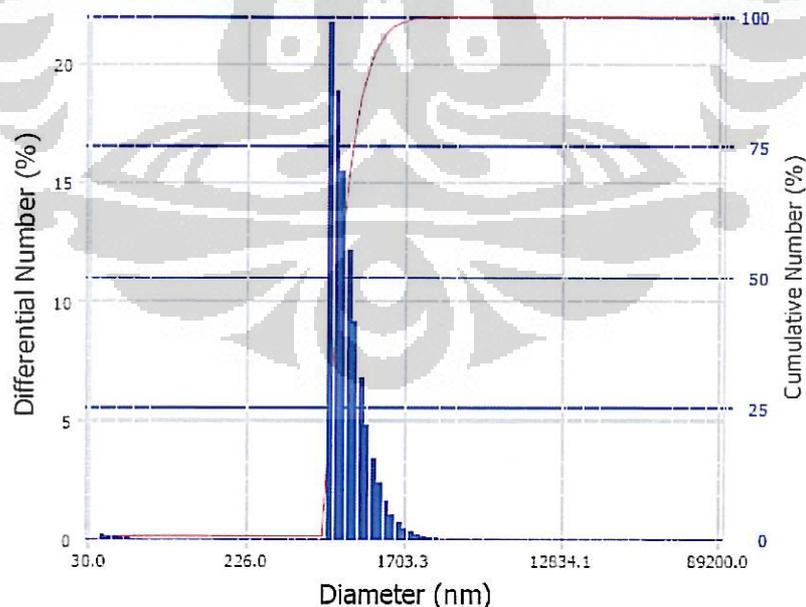
Gambar 4.5 Plot puncak-puncak fasa Cu_2O untuk sampel hasil milling 2 jam

Dari hasil karakterisasi dan perhitungan di atas, terlihat bahwa mendapatkan nanostruktur dengan teknologi milling dapat dengan mudah dilakukan. Namun demikian, partikel yang benar-benar berukuran nanometer tidak dapat diperoleh dengan teknologi milling konvensional yang telah digunakan selama ini. Hal ini disebabkan karena partikel yang berukuran nano tersebut, akan menggumpal kembali ketika proses penumbukan oleh bola-bola milling. Oleh karenanya, penggunaan matriks yang berfungsi untuk menjebak partikel tersebut sebelum bergabung dengan partikel lain diharapkan dapat menghambat terjadinya penggumpalan pada partikel nano yang telah diperoleh.

4.3 Analisa Hasil PSA

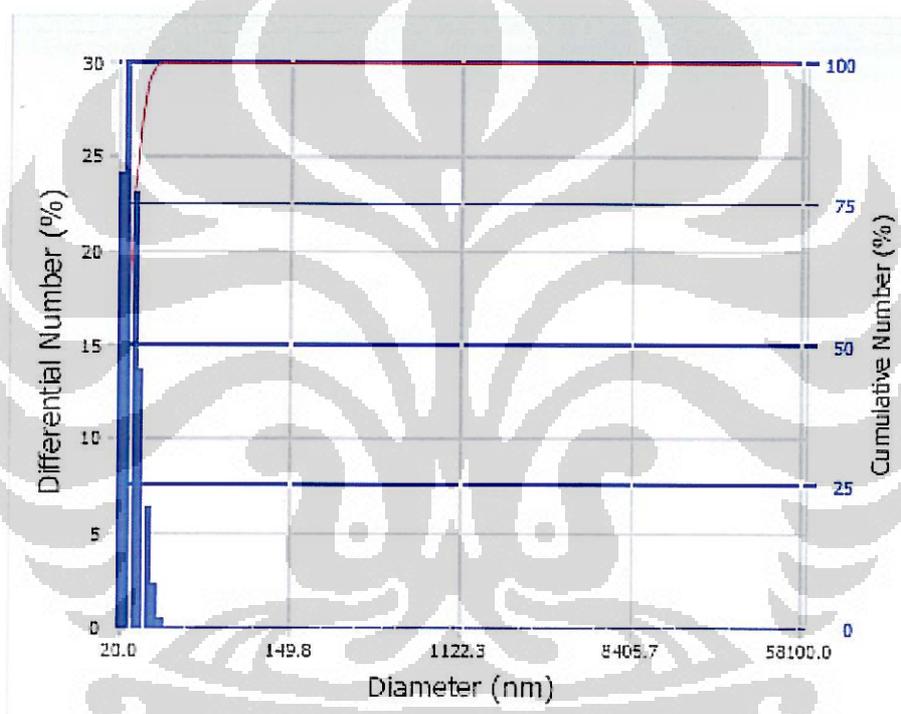
Untuk mengkonfirmasi hasil pengujian waktu pengendapan yang dikorelasikan dengan estimasi ukuran partikel dengan menggunakan persamaan yang diturunkan dari hukum Stokes, dilakukan pengujian ukuran partikel dengan menggunakan PSA untuk mendapatkan nilai kuantitatif ukuran partikel dari alat analisis komersial. Sebagai perwakilan, dilakukan pengukuran pada sampel dengan rasio Cu_2O tertinggi (1:1) dan sampel dengan rasio Cu_2O terendah (1:53)

Gambar 4.6 menunjukkan kurva distribusi pengukuran sampel dengan rasio Cu_2O tertinggi. Dari kurva distribusi tersebut terlihat bahwa sampel didominasi oleh partikel dengan ukuran mikron dan submikron. Hanya sedikit partikel yang memiliki ukuran di bawah 100 nm. Data distribusi jumlah yang didapatkan dari pengukuran menunjukkan partikel dengan ukuran di bawah 100 nm memiliki nilai rata-rata 41.6 nm dengan persentase sebesar 0.5% dan partikel di daerah mikron/submikron yang memiliki nilai rata-rata 833.5 nm dengan persentase sebesar 99.5%. Terlihat bahwa efek penjebakan masih belum terlalu efektif karena matriks penjebak yang diberikan tidak terlalu banyak.



Gambar 4.6 Hasil PSA untuk $\text{Cu}_2\text{O} : \text{NaCl} = 1 : 1$

Gambar 4.7 menunjukkan kurva distribusi pengukuran sampel dengan rasio Cu_2O terendah. Dari kurva distribusi tersebut terlihat bahwa sampel didominasi oleh partikel yang sudah memiliki ukuran di bawah 100 nm. Hanya sedikit partikel yang memiliki di daerah mikron/submikron. Data distribusi jumlah yang didapatkan dari pengukuran menunjukkan partikel dengan ukuran di bawah 100 nm memiliki nilai rata-rata 22.8 nm dengan persentase sebesar 99.8% dan partikel di daerah mikron/submikron yang memiliki nilai rata-rata 1162.2 nm dengan persentase sebesar 0.2%. Terlihat bahwa efek penjebakan berjalan dengan sangat efektif karena matriks penjebak yang diberikan cukup banyak.



Gambar 4.7 Hasil PSA untuk $\text{Cu}_2\text{O} : \text{NaCl} = 1 : 53$

Dari gambaran hasil tersebut dapat ditunjukkan bahwa penggunaan teknik Mechanical Trapping untuk melakukan sintesis partikel nano sangat memungkinkan untuk dilakukan dengan pengontrolan rasio material utama dan matriks sebagai parameter utama dalam mengatur persentase nanopartikel yang didapatkan.

BAB V

KESIMPULAN DAN SARAN

5.1 Kesimpulan

Kesimpulan dari penelitian ini sebagai berikut:

1. Hasil XRD menunjukkan bahwa partikel Cu₂O yang di mechanical milling selama 2 jam telah memiliki struktur nano dengan ukuran kristal sebesar 6.27 nm.
2. Hasil Mechanical Trapping yang didukung dengan PSA menunjukkan bahwa partikel yang diperoleh pada rasio Cu₂O dan NaCl = 1:1 menunjukkan ukuran partikel Cu₂O sebesar 833.5 nm. Pada rasio Cu₂O dan NaCl = 1 : 53 menunjukkan ukuran partikel Cu₂O mencapai 22.8 nm.
3. Hal ini menunjukkan bahwa untuk membuat nano partikel dengan ball milling, dapat menerapkan sistem Mechanical Trapping dimana semakin besar rasio matriknya akan memperkecil pembentukan ukuran partikel material yang dituju.

5.2 Saran

Adapun saran yang bisa penulis berikan dalam penelitian ini adalah perlu dipelajari untuk mencoba matrik lain sehingga diketahui matrik yang paling optimum.

..

DAFTAR REFERENSI

- Arsyad, M.Natsir (2001). *Kamus Kimia Arti & Penjelasan Ilmiah*. Gramedia, Jakarta
- Bird, Tony (1987). *Kimia Fisika untuk Universitas*. Gramedia, Jakarta
- Cellard, Audrey., et Al.(2007). Optimization of chromium oxide nanopowders dispersion for spray – dring. *Journal of the European Ceramic Society*, 27 . Hal. 1017 – 1021.
- Estimating crystallite size using XRD*. <http://prism.mit.edu/xray>.
- Finger L.W., King H.E., *American Mineralogist*, 63 (1978), hal 337-342.
- Hafner SS, Nagel S, *Physics and Chemistry of Minerals*, 9 (1983), hal 19-22.
- HongweiShi, Debo Guo, Yifang Ouyang, *Structural evalution of mechanic alloyed nanocrystalline FeAl intermetallics*. Hal 1.
- Krasnowski, M. dan Kulik, T.(2007). *Nanocrystalline FeAl intermetallic produced by mechanical alloying followed by hot – pressing consolidation*. *Intermetallics*. Hal 201 – 205.
- Line broadening analysis*. <http://www.boulder.nist.gov/div853/balzar..>
- L.Lü , dan M.O. Lai.(1998). *Mechanical alloying* . Boston : Kluwer Academic Publisher. Hal 1,7,11-20, 24, 25, 26, 27, 28, 48-54, 75,76, 69 – 153, 165 – 169, 166 , 155 – 172.
- R, Nurul T., et al. HEM type E3D.(2007). *Mesin penghancur partikel berenergi dan metodenya, alat pembuat fungsional nanomaterial dengan gerakan elips 3 dimensi*. Paten No. P00200700207.
- S,Wahid .(1987). *Pengetahuan Bahan*. Surabaya: Jurusan Teknik Mesin, Fakultas Teknologi Industri, Institut Teknologi Sepuluh November .
- Sukardjo (1989). *Kimia Fisika*. Bina Aksara, Jakarta
- Suryanarayana, C.(2001). Mechanical alloying dan milling. *Progress in materials science*, 46. Hal 11 – 15, 22 – 31, 32 – 39.
- W,Agus S., (2009). Iron aluminide coating on steel surface by mechanical alloying at elevated temperature. *Transaction of the materials Research Society of Japan*.

LAMPIRAN

Pencitraan Ukuran Kristal

No.	Pos (°2Th)	d-spacing(Å)	Rel. Int. %	FWHM (°2Th)	Area (cls*°2Th)	Backgr.(cls)	Height (cls)	FWHM (°2Th)	Rel. Int. %	FWHM (°2Th)
1	29.2918	3.04995	10.84	0.8448	38.97	50	41.82			
2	38.3622	2.47144	100	0.7872	295.95	50	382.41			
3	38.4161	2.34328	36.25	0.551	64.96	57	100.37			
4	42.1211	2.14534	30.71	0.8448	102.44	57	117.45			
5	42.8288	2.10328	30.34	0.3149	36.03	57	116			
6	61.221	1.61402	22.71	0.8448	20.94	86	60.86			
7	67.7147	1.38377	7.27	0.7872	21.98	86	27.5			
8	73.0183	1.28553	16.25	0.92	72.98	84.51	62.16			

Cu2O

β (rad)	β cos θ	K	λ (nm)	FWHM
0.01374	0.01108542		1.5406	2.370868734
0.01649	0.01222842		1.5406	2.652788207
0.0366	0.00403022		1.5406	2.727472804
0.01649	0.03783708		1.5406	3.505932772
0.01676	0.00472612		1.5406	3.53764595

ukuran kristal
 $a=0.94 \times 1.5406$
 $L=62.6010233 \text{ \AA}$
 $L=8.26810233 \text{ nm}$

β (rad)	β cos θ	K	λ (nm)	FWHM
0.00412247	0.00323542		1.5406	2.364561
0.00302095	0.00292255		1.5406	2.61339
0.00302095	0.002258525		1.5406	2.733589
0.00343461	0.001865326		1.5406	3.504789
0.00274715	0.000791524		1.5406	3.63034
0.0100531	0.002245039		1.5406	3.889662

ukuran kristal
 $a=0.94 \times 1.5406$
 $L=226.275825 \text{ \AA}$
 $L=22.6275825 \text{ nm}$