

STUDI ANALISIS FASA DAN UKURAN KRISTAL SPINEL MgAl₂O₄ DENGAN METODE PENCAMPURAN LOGAM TERLARUT ASAM KLOORIDA

Chairatul Umamah

*Jurusan Pend.Fisika, FKIP, Universitas Islam Madura (UIM)
Jl. Pondok Pesantren Miftahul Ulum Bettet, Pamekasan 69351, Jawa Timur
Email: ieera.kireina@gmail.com

ABSTRAK:

Telah dilakukan sintesis serbuk MgAl₂O₄ (spinel MA) dengan metode pencampuran logam terlarut. Bahan dasar yang digunakan adalah Mg-Al dengan perbandingan mol 1:2 dengan variasi komposisi Mg (4.8;10;20;30;40 dan 60% berat) - Al (95.2;90;80;70;60 dan 40% berat). Masing-masing logam dilarutkan ke dalam HCl 37%. Kemudian mencampurkan kedua larutan tersebut selama 5 jam lalu mengeringkan hasilnya pada temperatur 100-105°C. Serbuk hasil pengeringan kemudian di uji DSC-TGA, selanjutnya dikalsinasi pada temperatur kalsinasi 750°C dengan waktu tahan 1 jam. Serbuk yang telah dikalsinasi, dikarakterisasi menggunakan XRD, kemudian dianalisis menggunakan perangkat lunak *Rietica* untuk analisis komposisi fasa dan Ukuran kristal dianalisis menggunakan *MAUD*. Ukuran dan distribusi partikel dari sampel MA4975 dikarakterisasi menggunakan TEM-ED. Hasil sintesis yang diperoleh dengan variasi komposisi Mg-Al menggunakan metode pencampuran logam terlarut menghasilkan fasa utama spinel MA dan fasa sekunder berupa periklas. Penambahan massa Al meningkatkan fraksi berat fasa MA dan menurunkan fraksi berat fasa periklas. Fraksi berat spinel secara umum mengalami peningkatan sekitar 5-10% pada setiap penambahan komposisi Al dengan fraksi berat tertinggi terdapat pada sampel MA4975 sebesar 99,2% dan fraksi berat periklas tertinggi diperoleh pada sampel MA6475 sebesar 28,6%. Ukuran kristal MA rata-rata yang diperoleh pada temperatur 750° adalah 11 nm.

Kata Kunci: *Magnesium aluminat (MgAl₂O₄), metode pencampuran logam terlarut, DSC-TGA, XRD, TEM-ED.*

PENDAHULUAN

Perkembangan teknologi nanomaterial yang sangat pesat secara tidak langsung mempengaruhi perkembangan dalam rekayasa bahan keramik berstruktur nanokristalin. Material nanokristalin diharapkan dapat memperbaiki sifat-sifat dari material, baik itu sifat fisik, mekanik, optik, maupun yang lainnya. Spinel merupakan salah satu material keramik oksida yang sering digunakan dalam industri dan digolongkan sebagai salah satu pelopor material keramik rekayasa modern. Salah satu contoh spinel adalah $MgAl_2O_4$. Spinel dikenal sebagai material *refractory* yaitu material yang memiliki daya tahan terhadap temperatur tinggi dengan titik leleh $2135^\circ C$, tahan korosi dan memiliki resistivitas listrik yang baik.

Memperoleh spinel murni sangat dipengaruhi oleh cara sintesisnya. Beberapa cara sintesis spinel yang terkenal adalah teknik hidrotermal [16], dekomposisi *plasma spray* dari oksida, metode aerosol [10], koopresipitasi [15] dan modifikasi *sol gel* oleh kombinasi gelas [5]. Pembuatan serbuk nanokristalin

spinel dengan metode kopresipitasi menghasilkan ukuran kristal ($4,84 \pm 1,30$) nm yang dikalsinasi pada temperatur $300^\circ C$ - $500^\circ C$ [2]. Selain itu, sintesis serbuk yang sama dengan metode koopresipitasi juga pernah dilakukan dengan menggunakan pelarut HCl 37% yang dikalsinasi pada temperatur $750^\circ C$ yang selanjutnya diberi perlakuan mekanik (penggilingan) menggunakan *planetary ball milling* dengan variasi waktu penggilingan, sehingga diperoleh ukuran kristal rata-rata ($3,0 \pm 1,0$) nm [14].

Meninjau penelitian-penelitian yang telah dilakukan dalam mensintesis kemurnian spinel berukuran nanometer, ada beberapa hal yang dapat dikembangkan yaitu metode sintesis yang digunakan terkait dengan pembentukan fasa spinel dan ukuran kristalnya

Saat ini, salah satu metode sintesis keramik nanokristalin yang sedang dikembangkan adalah metode pencampuran logam terlarut (*Metal dissolved method*). Penelitian sebelumnya telah berhasil melakukan sintesis serbuk MT dengan metode pencampuran logam terlarut pada perbandingan mol 1,18:1

dengan variasi temperatur kalsinasi (600-800°C) dan waktu tahan sehingga diperoleh ukuran kristal MT rata-rata sekitar 75 nm [1].

Sintesis pencampuran logam terlarut pada material Spinel belum pernah dilakukan oleh peneliti sebelumnya. Oleh karena itu sintesis spinel dengan metode tersebut perlu dikaji lebih lanjut dengan tujuan akhir untuk memperoleh spinel yang nanokristalin.

METODOLOGI PENELITIAN

Bahan dasar yang digunakan adalah Mg, Al Merck dengan perbandingan mol 1:2 dengan variasi komposisi Mg (4.8; 10; 20; 30; 40 dan 60% berat) - Al (95.2; 90; 80; 70; 60 dan 40% berat). Sintesis dimulai dengan melarutkan kedua serbuk dalam larutan asam HCl 37% diaduk dengan *magnetic stirrer* dengan kecepatan konstan, selanjutnya Kedua logam dicampur dan diaduk selama 5 jam tanpa pemanasan dengan kecepatan konstan. Kemudian campuran larutan dikeringkan pada temperatur 100-105°C sampai terbentuk kerak. Sampel yang sudah mengerak digerus menggunakan mortar

sampai membentuk serbuk halus. Selanjutnya serbuk halus tersebut dikalsinasi pada temperatur 750°C. Untuk karakterisasi fasa digunakan XRD dengan radiasi $\lambda_{\text{CuK}\alpha}=1,5418 \text{ \AA}$ dan analisis lanjut menggunakan *Rietica* dan MAUD. Metode yang digunakan untuk menganalisis komposisi fasa adalah metode 'ZMV' relatif dengan menggunakan per-samaan perhitungan fraksi berat relatif [7]:

$$W_i = \frac{s_i(ZMV)_i}{\sum_{k=1}^n s_k(ZMV)_k} \quad (1)$$

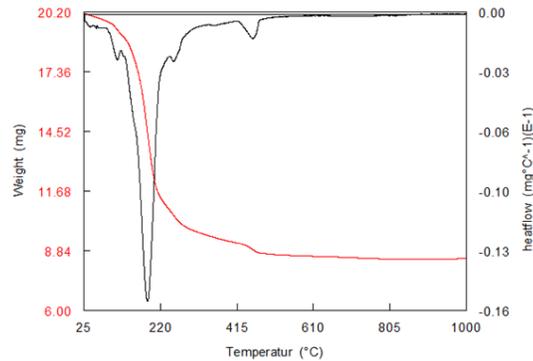
dengan W_i fraksi berat relatif fasa i (%), s faktor skala Rietveld, Z adalah jumlah rumus kimia dalam sel satuan, M adalah berat fasa dan V adalah volume sel satuan.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Gambar 4.1 merupakan hasil uji DSC-TGA, dengan garis warna hitam adalah kurva DSC dan warna merah adalah kurva TGA. Pada uji DSC-TGA ini digunakan massa sampel seberat 20.2 mg yang dipanaskan sampai temperatur 1000°C. Adapun hasil grafik pengujian TGA yang telah diolah, dilakukan pengamatan terhadap temperatur dan persentase berat sampel tersisa. Pada

Gambar 4.1 dapat dijelaskan bahwa pada rentang temperatur 25-450°C terjadi pengurangan massa serbuk. Hal ini mengindikasikan bahwa terjadi dekomposisi fasa yang diperlihatkan dengan adanya reaksi endotermal yang diikuti oleh perubahan massa. Pada temperatur sekitar 100°C terjadi gejala termal, kemungkinan terjadi penguapan air akibat sifat higroskopis material sebelum pemanasan (selama penyimpanan) yang ditandai dengan terjadinya puncak endoterm. Pada temperatur di atas 100-270°C terjadi gejala endoterm yang cukup tajam serta perubahan massa sampel yang berkurang secara drastis, kemungkinan terjadi transformasi fasa dari Al menjadi $\text{AlCl}_3\text{H}_{12}\text{O}_6$ [7] dan Mg menjadi $\text{MgCl}_3\text{H}_{12}\text{O}_6$ [9]. Pada rentang temperatur 271-432°C terjadi proses pembakaran sisa Cl_2 dan H_2O yang terabsorpsi di lingkungan atmosfer udara. Pada temperatur 470°C terjadi reaksi oksidasi residu dan pembentukan fasa spinel MA. Selanjutnya, pada temperatur di atas 470°C massa serbuk sampel spinel mencapai kestabilan. Berdasarkan kurva DSC-TGA pada Gambar dapat diperoleh bahwa fasa

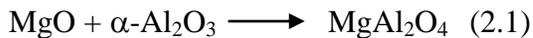
spinel dapat terbentuk pada temperatur di atas 470°C.



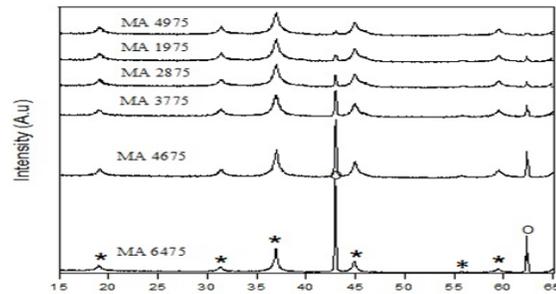
Gambar 4.1 Kurva DSC-TGA dari Sampel MA28

Gambar 4.2 memperlihatkan pola-pola difraksi sinar-X dari sampel MA pada variasi temperatur kalsinasi dengan waktu tahan 1 jam. Pola-pola tersebut menunjukkan bahwa fasa-fasa yang teridentifikasi hanya spinel (MA) (MgAl_2O_4 dengan PDF no. 21-1152) sebagai fasa utama dan periklas (MgO dengan PDF no.45-0946) sebagai fasa sekunder tanpa adanya fasa aluminium oksida yang teridentifikasi.

Fasa utama spinel terbentuk karena adanya reaksi antara magnesium dan aluminium teroksidasi terlarut, hal ini sesuai dengan Persamaan 2.1 pada Subbab 2.2 [11].



Dari pola-pola difraksi yang disajikan pada Gambar 4.2, secara umum dapat dikatakan bahwa, untuk temperatur kalsinasi 750°C, intensitas relatif periklas terhadap spinel turun terhadap bertambahnya komposisi Al. Penurunan ini terjadi sangat tajam, yaitu sekitar empat kali lipat pada komposisi Al:Mg=40:60 menjadi hampir nol pada komposisi 95:4. Dari pola difraksi pada Gambar 4.3 juga dapat diamati bahwa pola-pola difraksi memiliki lebar puncak yang sedikit berbeda-beda. Jika diasumsikan bahwa metode sintesis *bottom-up* semacam pencampuran larutan logam ini tidak memberikan efek regangan sisa pada material produk, maka pelebaran puncak ini dapat diasumsikan hanya berkaitan dengan ukuran kristal. Jadi, perbedaan lebar puncak tersebut mengindikasikan bahwa ukuran kristal pada fasa-fasa pada sampel-sampel tersebut memiliki perbedaan yang cukup signifikan. Khusus fasa spinel MA, pelebaran puncak yang cukup besar menandakan bahwa fasa tersebut berada dalam skala nanometer [12].



Gambar 4.2 Pola Difraksi Sinar-X ($\text{CuK}\alpha = 1.5418\text{\AA}$) dari Sampel yang dikalsinasi pada Temperatur 750°C (Nomenklatur Sampel Dapat Dilihat pada Tabel 3.1).
 Ket: * = MA, o = Periklas

Fasa periklas yang muncul pada semua sampel dikonfirmasi dengan adanya puncak eksoterm pada Gambar 4.1 rentang temperatur 271-432°C. Pada temperatur 400-600°C, fasa kristalin periklas sudah terbentuk dengan sempurna. Tidak adanya perubahan fasa yang ditandai dengan tidak munculnya fasa Al_2O_3 disebabkan karena fasa alumina dapat mengkristal sempurna pada temperatur di atas 1000°C, sehingga selalu terdapat fasa periklas yang berlebih. Persamaan (2.1) menunjukkan bahwa fasa spinel terbentuk karena adanya reaksi antara magnesium dan aluminium teroksidasi terlarut yang merupakan fasa $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$. Hal inilah yang menyebabkan munculnya periklas pada semua sampel, karena tidak semua kristal periklas yang dihasilkan dapat bereaksi dengan alumina yang belum sepenuhnya mengkristal pada

temperatur kalsinasi yang digunakan pada penelitian ini.

Setelah dilakukan analisis kualitatif, selanjutnya dilakukan analisis kuantitatif komposisi fasa menggunakan metode *Rietveld* dengan perangkat lunak *Rietica*. Untuk melakukan analisis dengan *Rietica* perlu dibuat model pola terhitung untuk tiap fasa yang didapatkan dari *database* kristalografi yang sesuai [3].

Pada penghalusan dengan metode *Rietveld* dengan perangkat lunak *Rietica*, sebuah pola terhitung dicocokkan dengan sebuah pola terukur. Pola terhitung atau yang biasa disebut dengan model, disusun berdasarkan data kristalografi fasa-fasa yang telah teridentifikasi. Model ini menyimpan nilai-nilai parameter kristalografi yang tetap maupun dapat diubah (*Refinable parameters*).

Dari hasil penghalusan dalam penelitian ini untuk sampel MA6475, nilai *figures of merit* yaitu nilai R_p 9,6%, nilai R_{wp} 12,3%, nilai R_{exp} 9,6% dan nilai GoF 2% dapat dinyatakan diterima. Sesuai dengan pernyataan oleh Kisi (1994), bahwa hasil penghalusan dengan metode *Rietveld* dapat dihentikan jika nilai GoF (*Goodness-*

of-fit) < 4%, R_p (faktor profil), R_{wp} (faktor profil terbobot), R_{exp} (faktor harapan) < 20%, dan R_B < 10 % yang ditunjukkan pada Tabel 4.1

Keberhasilan analisis yang ditandai dengan nilai-nilai FoM yang sesuai dengan aturan Kisi (1994) dan plot yang relatif kecil menjadikan luaran penghalusan (*refinement*) dapat digunakan untuk analisis selanjutnya. Salah satu yang utama adalah fraksi berat relatif tiap fasa.

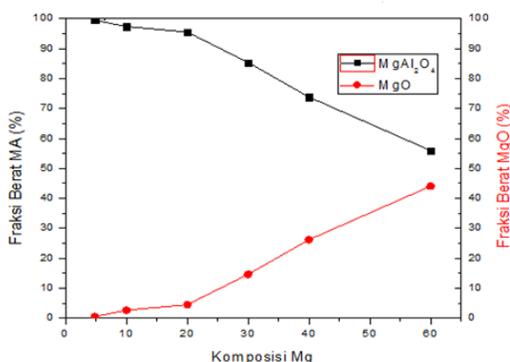
Sampel	Figures-Of-Merit			
	R_p (%)	R_{wp} (%)	R_{exp} (%)	GoF
MA4975	9,6	12,2	9,8	2,0
MA1975	9,8	12,1	9,8	1,7
MA2875	9,5	12,1	8,3	1,9
MA3775	8,6	11,2	8,6	1,6
MA4675	8,6	11,1	8,3	1,7
MA6475	9,6	12,3	9,6	1,6

Tabel 4.1 Nilai FoM (*Figures-of-Merit*)

Hasil Penghalusan dengan Metode *Rietveld* untuk Masing-Masing Sampel

Hasil analisis ini menunjukkan bahwa sampel dengan penambahan komposisi Al pada semua variasi temperatur kalsinasi memiliki fraksi berat spinel yang relatif lebih besar dibandingkan dengan sampel dengan komposisi Al yang rendah. penambahan massa Al meningkatkan fraksi berat fasa MA dan menurunkan fraksi berat fasa periklas.

Fraksi berat spinel secara umum mengalami peningkatan sekitar 5-10% pada setiap penambahan komposisi Al dengan fraksi berat tertinggi terdapat pada sampel MA4975 dengan fraksi berat 99.2% dan fraksi berat periklas tertinggi diperoleh pada sampel MA6475 sebesar 28,6%.



Gambar 4.2 Fraksi Berat Relatif Fasa-Fasa Menggunakan Metode 'ZMV' (Dapat Dilihat pada Persamaan 1) untuk Sampel MA yang dikalsinasi pada Temperatur 750°C.

Hasil uji XRD yang menghasilkan pola puncak-puncak difraksi menggambarkan tingkat kekristalan suatu bahan. Selain itu, pelebaran puncak difraksi mengindikasikan ukuran kristal fasa-fasa pada suatu sampel. Semakin lebar puncak difraksi, maka ukuran kristalnya akan semakin kecil. Analisis ukuran kristal pada sampel MA yang disintesis dengan metode pencampuran logam terlarut yang dikalsinasi pada temperatur 750°C selama 1 jam dilakukan dengan menggunakan program *MAUD* yang memiliki nilai presisi lebih akurat dibandingkan *Rietica* dalam menentukan estimasi ukuran kristal dari suatu sampel.

Berdasarkan Tabel 4.2 terlihat bahwa penghalusan dapat diterima karena nilai sigma < 2 %, R_w , R_b dan R_{exp} < 25 %. Dengan FoM yang dapat diterima dan *difference plot* yang tidak fluktuatif, hasil penghalusan dapat digunakan untuk menentukan nilai estimasi ukuran kristal yang bisa diperoleh dari keluaran *MAUD* [8].

Tabel 4.2 Tabel *FOM* Penghalusan dengan *MAUD* pada Sampel MA dengan Temperatur Kalsinasi 750°C

Sampel	Figures of Merit (FoM) (%)			
	Sig	Rw	Rb	Rexp
MA4975	1,3	15,0	12,0	9,7
MA1975	1,4	12,8	10,4	9,3
MA2875	1,8	15,6	12,5	9,3
MA3775	1,5	13,0	10,0	9,6
MA4675	1,7	14,1	10,8	9,7
MA6475	1,8	18,6	13,6	9,6

Pada Tabel 4.3 terlihat bahwa kristal MA sebagai fasa utama pada semua sampel memiliki ukuran yang lebih kecil daripada ukuran kristal periklas. Hal ini didukung oleh pola puncak difraksi yang diperoleh dari hasil uji XRD, dari Gambar 4.2 terlihat bahwa puncak MA yang terbentuk lebih lebar dibandingkan dengan puncak periklas yang terlihat lebih tajam. Secara umum semakin besar penambahan komposisi Al menyebabkan ukuran kristal fasa spinel cenderung semakin kecil.

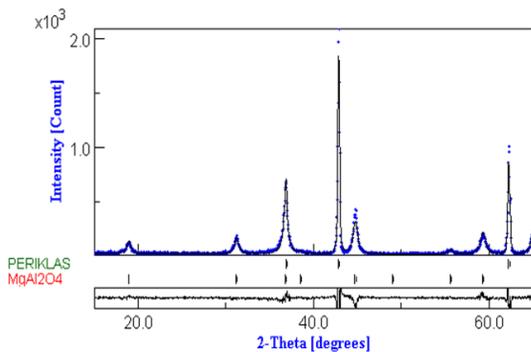
Secara teoritis ukuran kristal MA akan bertambah besar seiring dengan

peningkatan temperatur, karena terjadi pertumbuhan kristal [13]. Pada temperatur tinggi atom-atom penyusun memiliki energi termal yang cukup untuk terjadinya difusi atom sehingga atom-atom bergerak melewati batas butir yang menyebabkan perluasan daerah persinggungan antar kristal yang akan memperbesar ukuran butir. Ukuran butir yang semakin besar berpengaruh terhadap bentuk dan ukuran kristal. Pada temperatur rendah (seperti pada temperatur kalsinasi 750°C) atom memiliki energi rendah yang menyebabkan atom sulit bergerak dan mulai mengatur kedudukan relatif terhadap atom lain sehingga ukuran kristal yang diperoleh kecil.

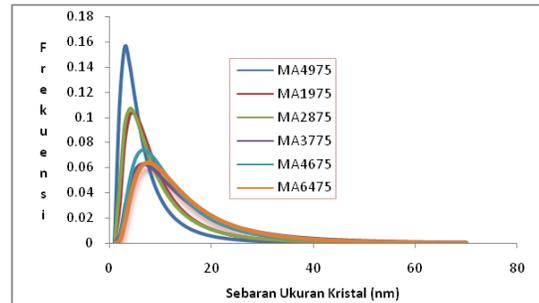
Tabel 4.3 Ukuran Kristal Sampel MA dengan MAUD pada Temperatur

Sampel	Ukuran Kristal (nm)	
	MA	MgO
MA4975	10	110
MA1975	9	110
MA2875	11	124
MA3775	11	129
MA4675	11	119
MA6475	12	120

Berdasarkan pernyataan oleh peneliti sebelumnya dapat diketahui bahwa MA telah terbentuk setelah dikalsinasi pada rentang temperatur 600°C-900°C, dengan semakin meningkatnya temperatur kalsinasi yang diberikan, maka kristalinitas MA yang dihasilkan akan semakin meningkat yang ditunjukkan dengan semakin tinggi dan tajamnya puncak-puncak difraksi [16], sehingga ukuran kristal yang dihasilkan semakin besar. Ukuran Kristal MA rata-rata yang diperoleh pada temperatur 750°C adalah 11 nm.



Gambar 4.3 Plot Hasil Penghalusan MAUD Sampel MA6475. Pola Difraksi Terukur Digambarkan dengan Tanda (+ + +) Warna Biru dan Pola Difraksi Terhitung Digambarkan dengan Garis Lurus Warna Hitam. Kurva Paling Bawah Adalah Plot Selisih Antara Pola Difraksi Terukur dengan Pola Difraksi Terhitung. Garis-Garis Tegak



Gambar 4.4 Distribusi Ukuran Kristal pada Sampel MA yang Dikalsinasi pada Temperatur 750°C

Gambar 4.4 memperlihatkan distribusi ukuran kristal sampel MA yang dikalsinasi pada temperatur 750°C. Pada Gambar 4.4 terlihat bahwa rendahnya temperatur kalsinasi dan penambahan komposisi Al secara umum menyebabkan ukuran kristal MA semakin mengecil, sehingga sebaran ukuran spinel MA semakin menyempit.

Penyempitan distribusi ukuran kristal mengindikasikan keseragaman ukuran yang semakin tinggi (monodispersif). Hal ini didukung oleh penelitian pada spinel MA dengan metode oxide yang menyatakan bahwa variasi penggilingan dan temperatur kalsinasi menyebabkan penyebaran ukuran kristal spinel semakin menyempit, artinya ukuran kristal menjadi lebih homogen pada ukuran kristal yang semakin kecil [6]. Pada sampel

MA75 terlihat lebar puncak cenderung lebih lebar yang mengindikasikan kehomogenan ukuran yang lebih beragam (ditunjukkan lebar puncak cenderung lebih lebar ke arah kanan) [10].

KESIMPULAN

Sintesis spinel MA dengan menggunakan metode pencampuran logam terlarut (*Metal dissolved method*) berhasil dilakukan dan memunculkan dua fasa, yaitu MA sebagai fasa utama dan periklas sebagai fasa impuritas. Penambahan Al pada sampel dengan variasi temperatur kalsinasi selama 1 jam meningkatkan fraksi berat fasa MA hingga mencapai 99,2% ketika porsi Al adalah 95,2%. Ukuran kristal rata-rata MA pada sampel MA 750 °C adalah 11 nm. Semakin tinggi temperatur kalsinasi, pembentukan kristal spinel MA semakin sempurna dengan ukuran kristal yang terbentuk semakin besar serta menyebabkan distribusi ukuran kristal semakin beragam. .

DAFTAR PUSTAKA

- [1] Angela, R, 2012. Sintesis MgTiO₃ Dengan Variasi Temperatur Kalsinasi Menggunakan Metode Pencampuran Larutan. Tugas Akhir Jurusan Fisika, ITS, ITS, Surabaya.
- [2] El indahnia. 2007. Sintesis Serbuk Nanokristalin Al₂O₃, MgO, dan MgAl₂O₄ dengan metode kopresipitasi. Tugas akhir, ITS.Surabaya.
- [3] Hunter, B. A., 1998. Commission on Powder Diffraction, in: 20. In Newsletter of International Union of Crystallography, Sydney.
- [4] Istianah. 2010. Sintesis Magnesium Titanat (MgTiO₃) dengan metode pencampuran larutan dari serbuk magnesium dan titanium terlarut dalam HCl. ITS, Surabaya, Jurusan Fisika, ITS.
- [5] Jianjun Guo, H.L., 2004. Novel synthesis of high surface area MgAl₂O₄ spinel as catalyst support. Mater. Lett. - MATER LETT 58, 1920–1923. doi: 10. 1016/j. matlet.2003.12.013.
- [6] Kong, L., Ma, J., Huang, H., 2002. MgAl₂O₄ spinel phase derived from oxide mixture activated by a high-energy ball milling process. Mater.

- Lett. 56, 238–243. doi:10.1016/S0167-77X(02)00447-0.
- [7] J. Bernard, F. Belnou, D. Houivet, and J.-M. Haussonne, “Synthesis of pure MgTiO_3 by optimizing mixing/grinding condition of $\text{MgO} + \text{TiO}_2$ powders,” *J. Mater. Process. Technol.*, vol. 199, no. 1–3, pp. 150–155, Apr. 2008.
- [8] Li, G., Sun, Z., Chen, C., Cui, X., Ren, R., 2007. Synthesis of nanocrystalline MgAl_2O_4 spinel powders by a novel chemical method. *Mater. Lett.* 61, 3585–3588. doi:10.1016/j.matlet.2006.11.123.
- [9] L. Lutteroti, “MAUD: Material Analysis using Diffraction,” *MAUD: Material Analysis using Diffraction*, 2006. [Online]. Available: <http://www.ing.unitn.it/~maud>. [Accessed: 05-May-2013].
- [10] Mosayebi, Z., Rezaei, M., Hadian, N., Kordshuli, F.Z., Meshkani, F., 2012. Low temperature synthesis of nanocrystalline magnesium aluminate with high surface area by surfactant assisted precipitation method: Effect of preparation conditions. *Mater. Res. Bull.* 47, 2154–2160. doi:10.1016/j.materresbull.2012.06.010.
- [11] N. Yang, L. Chang, 1992. Structural inhomogeneity and crystallization behavior of aerosol reacted MgAl_2O_4 powders, *Mater. Lett.*, vol. 15, pp 84–88, 1992.
- [12] Özdemir, H., Öksüzömer, M.A.F., Gürkaynak, M.A., 2014. Effect of the calcination temperature on $\text{Ni/MgAl}_2\text{O}_4$ catalyst structure and catalytic properties for partial oxidation of methane. *Fuel* 116, 63–70. doi:10.1016/j.fuel.2013.07.095.
- [13] S. Pratapa, L. Susanti, Y. A. S. Insany, Z. Alfiati, B. Hartono, Mashuri, A. Taufiq, A. Fuad, Triwikantoro, M. A. Baqiya, S. Purwaningsih, E. Yahya, and Darminto, “XRD line-broadening characteristics of M-oxides (M = Mg, Mg-Al, Y, Fe) nanoparticles produced by coprecipitation method,” *AIP Conf. Proc.*, vol. 1284, no. 1, p. 125, Oct. 2010.

- [14] Tavangarian, F., Emadi, R., 2010. Synthesis and characterization of pure nanocrystalline magnesium aluminate spinel powder. *J. Alloys Compd.* 489, 600–604.
doi:10.1016/j.jallcom.2009.09.120.
- [15] Yenny Agustine Shovia Insany, 2009. Karakterisasi Difraksi Serbuk Nanokristal Spinel $MgAl_2O_4$ Hasil Penggilingan. Tesis, Jurusan Fisika FMIPA ITS, Surabaya.
- [16] Zawrah, M.F., Hamaad, H., Meky, S., 2007. Synthesis and characterization of nano $MgAl_2O_4$ spinel by the co-precipitated method. *Ceram. Int.* 33, 969–978.
doi:10.1016/j.ceramint.2006.02.015.
- [17] Zhang, X., 2009. Hydrothermal synthesis and catalytic performance of high-surface-area mesoporous nanocrystallite $MgAl_2O_4$ as catalyst support. *Mater. Chem. Phys.* 116, 415–420.