

**SKRIPSI**

**UJI STRUKTUR KRISTAL BAHAN NABATI *NARINGENIN*  
AKIBAT PENGARUH THERMAL PADA TEMPERATUR *ONSET*  
DAN TEMPERATUR *MELTING POINT***

**Slamet Budiyo**

**M0299043**



**JURUSAN FISIKA  
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM  
UNIVERSITAS SEBELAS MARET  
SURAKARTA  
2006**

**SKRIPSI**

**UJI STRUKTUR KRISTAL BAHAN NABATI *NARINGENIN*  
AKIBAT PENGARUH THERMAL PADA TEMPERATUR *ONSET*  
DAN TEMPERATUR *MELTING POINT***

**Slamet Budiyo**

**M0299043**

Sebagai salah satu syarat untuk memperoleh derajat Sarjana Sains  
pada jurusan Fisika



**JURUSAN FISIKA  
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM  
UNIVERSITAS SEBELAS MARET  
SURAKARTA**

**2006**

**PERNYATAAN KEASLIAN TUGAS AKHIR****UJI STRUKTUR KRISTAL BAHAN NABATI *NARINGENIN*  
AKIBAT PENGARUH THERMAL PADA TEMPERATUR *ONSET*  
DAN TEMPERATUR *MELTING POINT***

**Slamet Budiyo**  
**NIM. M0299043**

"Saya dengan ini menyatakan bahwa isi intelektual skripsi ini adalah betul hasil kerja saya dan pengetahuan saya. Hingga saat ini skripsi ini tidak berisi materi yang dipublikasikan atau ditulis oleh orang lain atau materi yang diajukan untuk mendapatkan gelar di Universitas Sebelas Maret Surakarta atau Perguruan Tinggi lainnya, kecuali telah dituliskan di daftar pustaka skripsi ini. Semua bantuan dari berbagai pihak telah saya tuliskan di bagian ucapan terima kasih pada kata pengantar skripsi ini".

Surakarta, Agustus

2006

Penulis

**Slamet Budiyo**

**SKRIPSI**

**UJI STRUKTUR KRISTAL BAHAN NABATI *NARINGENIN*  
AKIBAT PENGARUH THERMAL PADA TEMPERATUR *ONSET*  
DAN TEMPERATUR *MELTING POINT***

**Slamet Budiyo**

**M0299043**

Diajukan sebagai Salah Satu Syarat untuk Memperoleh Gelar Sarjana Sains

Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam

Universitas Sebelas Maret

Surakarta

Surakarta, Agustus 2006

Disetujui dan Disahkan

Oleh:

**(Pembimbing I)**

**(Pembimbing II)**

**Drs. Harjana, M.Si., Ph.D.**  
**NIP. 131 570 309**

**Khairuddin, S.Si., M.Phil.**  
**NIP. 132 162 019**

**SKRIPSI**  
**UJI STRUKTUR KRISTAL BAHAN NABATI *NARINGENIN***  
**AKIBAT PENGARUH THERMAL PADA TEMPERATUR *ONSET***  
**DAN TEMPERATUR *MELTING POINT***

**Slamet Budiyo**

**M0299043**

Dinyatakan lulus ujian skripsi oleh tim penguji

Pada hari Kamis tanggal 3 Agustus 2006

**Tim Penguji**

<b>Drs. Harjana, M.Si., Ph.D.</b>	.....
<b>Khairuddin, S.Si., M.Phil.</b>	.....
<b>Drs. Usman Santosa, M.S.</b>	.....
<b>Utari, S.Si., M.Si.</b>	.....

Skripsi ini telah diterima sebagai salah satu persyaratan  
memperoleh gelar Sarjana Sains

**Dekan**

**Ketua Jurusan Fisika**

**Drs. H. Marsusi, M.S.**  
**NIP. 130 906 776**

**Drs. Harjana, M.Si., Ph.D.**  
**NIP. 131 570 309**

## MOTTO

- *“Barang siapa telah dapat menambah ilmunya, tetapi tidak bertambah kesadarannya, maka ia hanya akan bertambah jauh dari Allah”.*

*(QS.An-Nahl : 97)*

- *Hidupmu itu tiga hari saja : Hari kemarin yang telah lalu, Hari esok yang belum datang dan hari ini dimana Anda harus bertaqwa kepada Allah.*

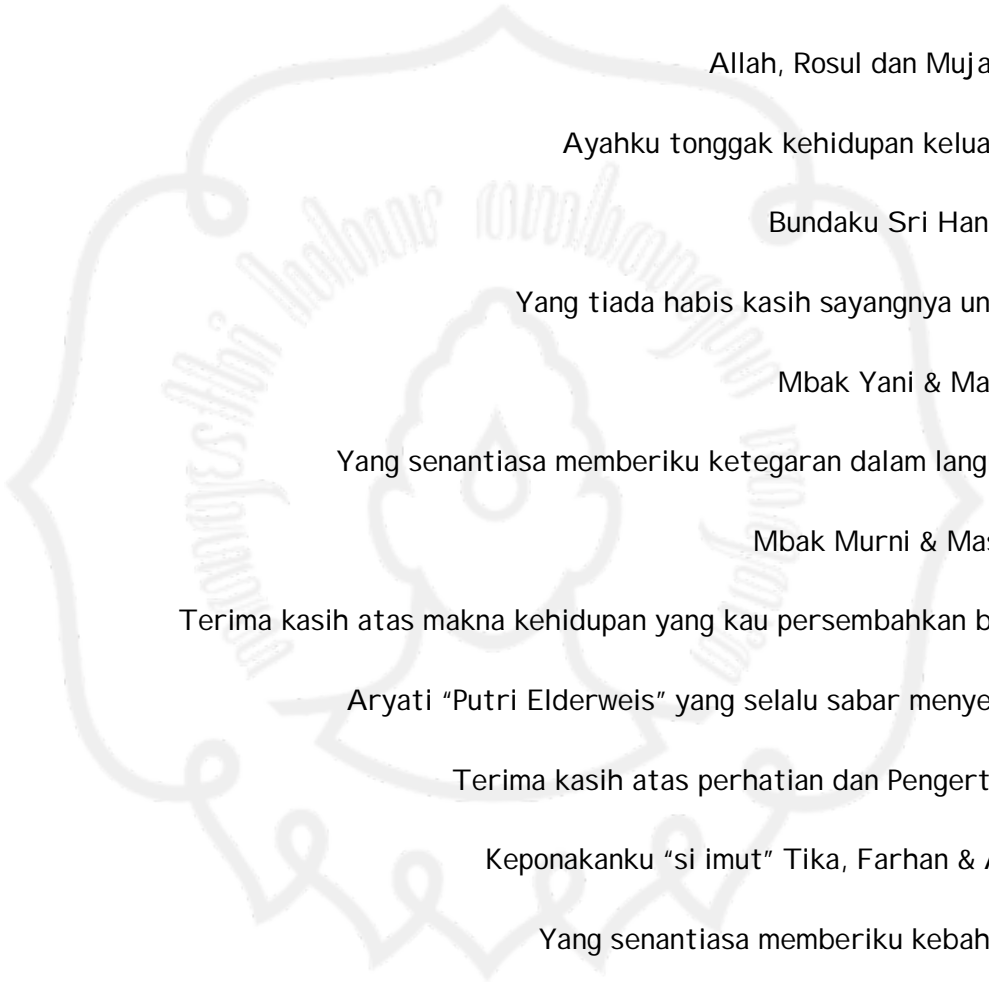
*(Anonim)*

- *“Mereka ditimpa kesengsaraan, kemelaratan, dan mereka diguncang dengan berbagai cobaan, sehingga Rasul dan orang-orang beriman bersamanya berkata : “Kapankah datangnya pertolongan Allah?” Ketahuilah sesungguhnya pertolongan Allah itu amat dekat”.*

*(QS.Al-Baqarah : 214)*

## PERSEMBAHAN

KARYA SEDERHANA INI AKU PERSEMBAHKAN BUAT :



Allah, Rosul dan Mujahidku,  
Ayahku tonggak kehidupan keluargaku,  
Bundaku Sri Handayani  
Yang tiada habis kasih sayangnya utukku,  
Mbak Yani & Mas Sadi  
Yang senantiasa memberiku ketegaran dalam langkahku,  
Mbak Murni & Mas Yono  
Terima kasih atas makna kehidupan yang kau persembahkan buatku,  
Aryati "Putri Elderweis" yang selalu sabar menyertaiku  
Terima kasih atas perhatian dan Pengertiannya  
Keponakanku "si imut" Tika, Farhan & Arifah  
Yang senantiasa memberiku kebahagiaan

## KATA PENGANTAR

Alhamdulillah, segala puji syukur penulis panjatkan kehadirat Allah SWT yang telah melimpahkan rahmat dan karunia-Nya, sehingga penulis dapat menyelesaikan penulisan tugas akhir ini dengan judul '**Uji Struktur Kristal Bahan Nabati *Naringenin* Akibat Pengaruh Thermal pada Temperatur *Onset* dan Temperatur *Melting Point***' dengan baik.

Penulisan tugas akhir ini dimaksudkan untuk memenuhi salah satu syarat untuk mencapai gelar Sarjana Sains Jurusan Fisika pada Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Sebelas Maret Surakarta.

Berbagai hambatan dan kesulitan begitu banyak muncul dalam penulisan tugas akhir ini, baik dari dalam maupun dari luar penulis. Berkat doa restu dari semua pihak, dengan segala kerendahan hati penulis mengucapkan terima kasih yang sebesar-besarnya kepada :

1. Allah SWT yang senantiasa memberiku petunjuk, kemudahan, kekuatan, ketenangan dan perlindungan dalam hari-hariku.
2. Bapak Drs. Marsusi, M.S., selaku Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Sebelas Maret.
3. Bapak Drs. Harjana, M.Si, Ph.D., selaku Ketua Jurusan Fisika FMIPA UNS sekaligus pembimbing I Tugas Akhir atas konsultasi dan bimbingan teknisnya.



4. Bapak Khairuddin, S.Si, M.Phil., selaku pembimbing II Tugas Akhir, atas kesabarannya dalam membimbing penulis hingga skripsi ini selesai.
5. Bapak Drs. Hery Purwanto, M.Sc., selaku Pembimbing Akademis, atas saran dan nasihat dalam konsultasi selama ini.
6. Seluruh Bapak dan Ibu Dosen Fisika yang telah memberikan ilmu dan pengalaman berharganya, Mas David dan Mbak Dwi yang selama ini telah membantu mengurus surat-surat.
7. Mas Eko, Mas Ari, Mas Johan Mas Mul dan kru Lab. Sentral, atas bantuannya dalam pengambilan data dan atas cendanya...*Thank it's all.*
8. Ayah dan Ibu yang selalu memberikan kasih sayang, dorongan dan do'anya, kakak-kakakku (Yani & Murni) serta keponakanku yang selalu aku sayangi.
9. Aryatiku, terima kasih atas semua bantuan, dorongan, nasihat dan do'anya selama ini. Kamu sangat berarti dalam hitungan perjalanan waktuku.
10. Basuri *my good friend* with Tuti "Ingatlah bahwa kita teman sejati, baik dimana, kapan dan bagaimanapun keadaanya jangan pernah bilang kita saling melupakan!".
11. Teman seperjuangan di DTA, Affandy. F.K., terima kasih atas hasil data masukannya.
12. Yudi, terima kasih atas pembelajaran kemandiriannya. Dono, "jangan pernah takut untuk dewasa dan setia". Danu, makasih tausiahnya semoga buat aku cepat insyaf!. Agung, terima kasih atas persahabatannya, semoga dengan perbedaan yang ada tidak menjadi rentang jarak bagi kita.

13. Teman seperjuangan di Fisika '99, Nanang with Yuyun, Utang, Bagus, Safi'i, Joko, Cecep, Alim, Winarsih, Arva, ukhti Warti, Agus, Roni, dan semuanya, mari terus berjuang.
14. Teman di radio *Ex's Kamin FM*, Agung, Yoyok, Dodo, Dito, Dani, Giyono, Keken, Mogol, Putut dan seluruh personilnya.
15. Anak-anak di *ph kost Lyly*, Mbak Rany, Sary, Ukhti Ajeng, Uli etc, dengan menjaga manjaku berarti telah kalian buat tenang hatiku.

Semoga segala bantuan dan keikhlasan yang telah diberikan kepada penulis mendapat balasan dari Allah SWT. Semoga tugas akhir ini bermanfaat bagi kita semua dan bisa menjadi bahan masukan bagi penelitian selanjutnya.

Surakarta, Agustus 2006

Penulis

## DAFTAR ISI

	<b>Halaman</b>
<b>HALAMAN JUDUL</b> .....	<b>i</b>
<b>HALAMAN PENGESAHAN KEASLIAN TUGAS AKHIR</b> .....	<b>iii</b>
<b>LEMBAR PENGESAHAN</b> .....	<b>iv</b>
<b>MOTTO</b> .....	<b>vi</b>
<b>PERSEMBAHAN</b> .....	<b>vii</b>
<b>KATA PENGANTAR</b> .....	<b>viii</b>
<b>DAFTAR ISI</b> .....	<b>xi</b>
<b>DAFTAR TABEL</b> .....	<b>xiv</b>
<b>DAFTAR GAMBAR</b> .....	<b>xv</b>
<b>ABSTRACT</b> .....	<b>xvii</b>
<b>INTISARI</b> .....	<b>xviii</b>
<b>BAB I</b>	
<b>PENDAHULUAN</b>	
1.1. Latar Belakang Masalah.....	1
1.2. Perumusan Masalah.....	3
1.3. Batasan Masalah.....	3
1.4. Tujuan Penelitian.....	4
1.5. Manfaat Penelitian.....	4
1.6. Sistematika Penulisan.....	4

<b>BAB II</b>	<b>TINJAUAN PUSTAKA</b>	
2.1.	Flavonoid.....	6
2.2.	Naringenin.....	7
2.3.	Perubahan Wujud.....	8
2.4.	Differential Thermal Analyzer (DTA).....	9
2.5.	Annealing.....	12
2.6.	Kristalisasi.....	14
2.7.	Struktur Kristal.....	18
2.7.1.	Sistem Kristal dan Kisi Bravais.....	20
2.7.2.	Indeks Millers.....	21
2.7.3.	Jarak Antar Bidang dan Kisi Balik.....	23
2.8.	Struktur kristal Monoklinik.....	24
2.9.	Difraksi Sinar-X pada Kristal.....	26
2.10.	Intensitas Berkas Sinar-X yang Terikat.....	28
2.11.	Metode Difraksi Bubuk.....	32
<b>BAB III</b>	<b>METODOLOGI PENELITIAN</b>	
3.1.	Waktu dan Tempat Penelitian.....	35
3.2.	Alat dan Bahan.....	35
3.3.	Metode Penelitian.....	36
3.3.1.	Pemanasan.....	38
3.3.2.	Pengujian Struktur Kristal dengan X-RD.....	40
3.4.	Teknik Analisa Data.....	41

**BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN**

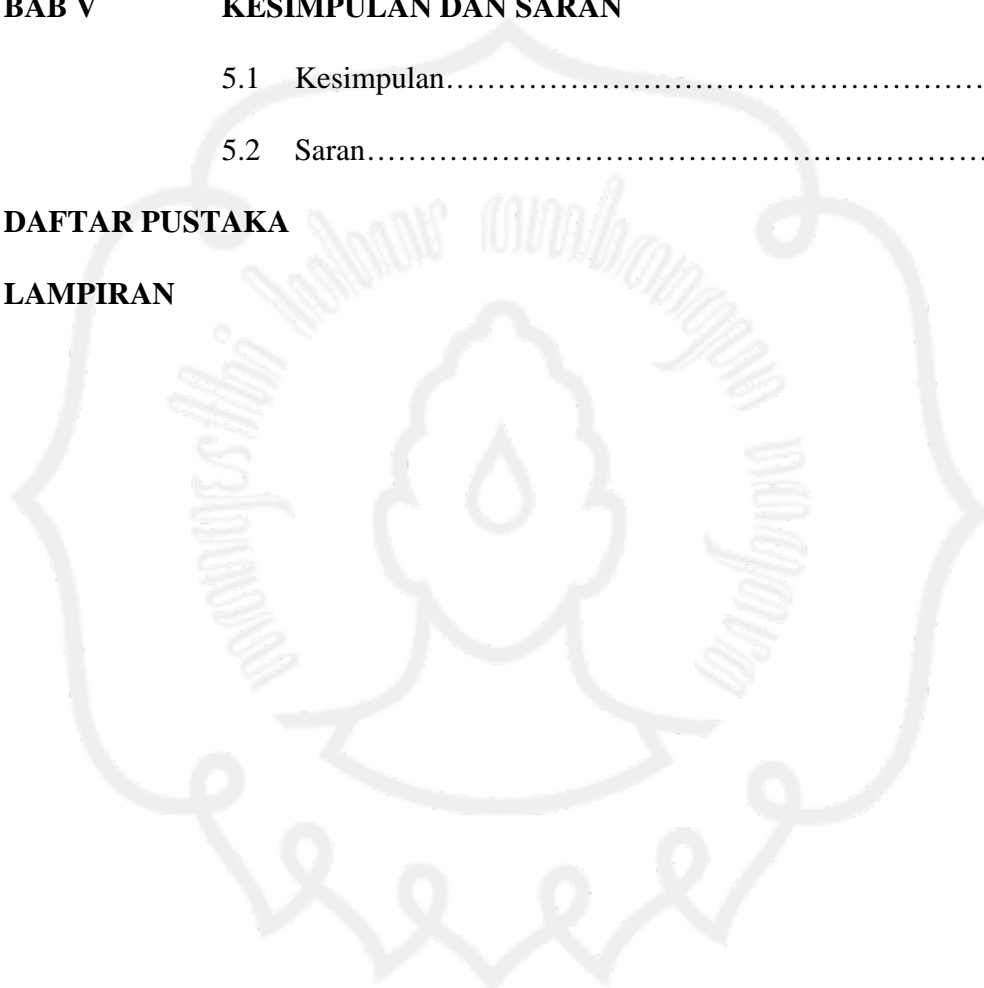
4.1. Struktur Kristal Naringenin..... 43

4.2. Ukuran Butir Kristal.....49

**BAB V KESIMPULAN DAN SARAN**

5.1 Kesimpulan.....52

5.2 Saran.....53

**DAFTAR PUSTAKA****LAMPIRAN**

**DAFTAR TABEL**

	<b>Halaman</b>
Tabel 2.1. Sistem Kristal dan Kisi Bravais.....	21
Tabel 4.1. Parameter Kisi <i>Naringenin</i> .....	45
Tabel 4.2. Sudut $2\theta$ terhadap Intensitas sinar-X dan Konstanta kisi akibat pemanasan.....	47
Tabel 4.3. Ukuran butir Kristal <i>Naringenin</i> .....	49

## DAFTAR GAMBAR

	<b>Halaman</b>
Gambar 2.1. Struktur kimia <i>Naringenin</i> .....	7
Gambar 2.2. Transformasi fase dari suatu zat.....	8
Gambar 2.3. Kurva ideal DTA.....	10
Gambar 2.4. Spektra puncak DTA.....	12
Gambar 2.5. Diagram hubungan perubahan Energi bebas Gibbs dan Suhu.....	15
Gambar 2.6. Diagram perubahan Energi bebas Gibbs pengintian kristal di bawah TM.....	16
Gambar 2.7. Perbandingan Energi bebas perintang pengintian Heterogen pada berbagai sudut kontak.....	18
Gambar 2.8. Sel satuan Kristal.....	19
Gambar 2.9. Empat belas kisi Bravais dalam tujuh sistem kristal.....	20
Gambar 2.10. Indeks Millers .....	22
Gambar 2.11. Sel satuan Monoklinik.....	25
Gambar 2.12. Difraksi sinar-X pada kristal.....	27
Gambar 2.13. Prinsip kerja Difraktometer.....	32
Gambar 2.14. Puncak Gaussian pola difraksi.....	34
Gambar 3.1. Spektra <i>Naringenin</i> massa 20 mg dan laju pemanasan 5°C.....	37
Gambar 3.2. Langkah-langkah penelitian.....	38

Gambar 3.3. Proses pemanasan <i>Naringenin</i> .....	39
Gambar 4.1. Pola difraksi sinar-X sampel <i>Naringenin fresh</i> dan JCPDS.....	43
Gambar 4.2. Pola difraksi <i>Naringenin fresh</i> , <i>Naringenin</i> temperatur onset dan <i>Naringenin</i> temperatur <i>melting point</i> .....	46





**OBSERVATION CRYSTAL STRUCTURE OF VEGETABLE  
NARINGENIN BECAUSE OF THERMAL INFLUENCE  
ON *ONSET* TEMPERATURE AND  
*MELTING POINT* TEMPERATURE**

**Slamet Budiyo**

**M0299043**

**Department of Physics Science UNS**

**ABSTRACT**

Observation has been done toward crystal structure of vegetable *naringenin* because of thermal influence on *onset* temperature and *melting point* temperature. The crystal structure of the *naringenin fresh*, *naringenin* which heated until it reached *onset* temperature and *melting point* temperature was tested by using X-ray diffraction method. This research was done by X-ray to the *naringenin* sample, so that the X-ray would be diffracted by the crystal and formed diffraction pattern.

Crystal structure identification was conducted by comparing sample diffraction pattern to data diffraction pattern in JCPDS-ICDD. It was found that *naringenin* crystal has monoclinic crystal system. The presence of heat which accrued to the sample resulted in the crystal lattice value change, but the crystal system remained the same, while the size of crystal grain increased followed the increased in during heating.

Keyword : *naringenin*, X-ray diffraction, Crystal structure, Pattern of diffraction, Onset temperature and Melting point temperature.

# UJI STRUKTUR KRISTAL BAHAN NABATI *NARINGENIN* AKIBAT PENGARUH THERMAL PADA TEMPERATUR *ONSET* DAN TEMPERATUR *MELTING POINT*

**Slamet Budiyo**

**M0299043**

**Jurusan Fisika F. MIPA UNS**

## INTISARI

Telah dilakukan pengujian mengenai struktur kristal bahan nabati *naringenin* akibat pengaruh thermal pada temperatur *onset* dan temperatur melting point. *Naringenin* sebelum dipanaskan, *naringenin* yang telah mengalami pemanasan sampai temperatur *onset* dan *naringenin* yang telah mengalami pemanasan sampai temperatur *melting point* diuji struktur kristalnya dengan menggunakan metode difraksi sinar-X. Penelitian dilakukan dengan pemancaran sinar-X terhadap sampel *naringenin*, sehingga sinar-X akan terdifraksi oleh kristal dan terbentuk pola difraksi.

Pengidentifikasi struktur kristal dilakukan dengan membandingkan pola difraksi sampel dengan pola difraksi data dalam JCPDS-ICDD. Hasil analisa menunjukkan bahwa kristal *naringenin* memiliki sistem kristal monoklinik. Adanya faktor pemanasan yang terjadi pada sampel mengakibatkan perubahan nilai parameter kisi kristal, tetapi sistem kristal tetap sama. Sedangkan ukuran butir kristal bertambah dengan diikuti kenaikan temperatur saat pemanasan.

Kata kunci: *Naringenin*, difraksi sinar-X, struktur kristal, pola difraksi, temperatur onset dan temperatur melting point.

# BAB I

## PENDAHULUAN

### 1.1. Latar Belakang Masalah

Sumber daya alam adalah unsur lingkungan hidup yang terdiri atas sumber daya manusia, sumber daya alam hayati, sumber daya alam non hayati dan sumber daya alam buatan (Hardjo Soemantri, 1990). Sumber daya terbarui (*Renewable Resource*) adalah sumber daya alam yang tidak pernah habis meskipun digunakan terus menerus karena dapat diperbaharui lagi. Dalam pemanfaatan sumber daya alam dengan adanya perbedaan tingkat peradaban akan memberikan corak dalam pengolahannya.

Kemajuan jaman akan menggeser kebudayaan dari peradaban yang tradisional menjadi modern. Semula orang mengkonsumsi bunga, buah dan sayur biasa langsung dimakan mentah, namun sekarang ada yang sebagian mengolahnya dulu menjadi berbagai produk makanan dan minuman. Selama berlangsungnya proses pengolahan, kemungkinan bahan akan mengalami perubahan fase, perubahan struktur kristal atau perubahan warna. Di samping itu pada tanaman tertentu mengandung sumber senyawa kimia yang sangat kompleks dapat sebagai *anti oksidant*, sehingga bisa diolah menjadi produk sebuah obat. Salah satu tanaman yang dapat digunakan sebagai bahan obat tersebut adalah *naringenin*.

*Naringenin* merupakan salah satu anggota dari kelas *flavonones*, yang merupakan sub kelas spesifik dari *flavonoid*. *Naringenin* banyak ditemukan dalam buah anggur (So dkk, 1996) dan buah jeruk (Heo dkk, 2004). Dewasa ini telah banyak dibudidayakan pengolahan buah yang mengandung *naringenin* tersebut, antara lain berupa jus, jelly dan jam. *Naringenin* yang diamati dalam penelitian ini dapat mencegah tumbuhnya kanker payudara (Hormon dan Patel, 2004) dan penyakit Alzheimer's (Heo dkk, 2004).

Dalam bahan obat hasil kristalisasi kemungkinan besar dapat muncul bentuk yang berbeda-beda tergantung suhu atau tekanan yang diberikan disebut polimorf (Moegihardjo, 1983). Tiap polimorf mempunyai kelarutan yang berbeda yang dapat menentukan kecepatan efek terapinya. Jika struktur kristalnya dapat diidentifikasi dan dikembangkan lebih lanjut dalam kimia kuantum, maka akan dapat memperlihatkan kelenturan molekul dan batas daerah aktifitas *farmakologi* molekul yang sangat berguna dalam perancangan obat agar lebih efektif dalam pengobatan (Nogrady, 1992).

Berdasarkan definisi dari *International Conferenderation for Thermal Analysis (ICTA)* tahun 1978, analisis termal adalah suatu metode untuk menganalisa suatu material yang diberikan perlakuan temperatur (dipanaskan atau didinginkan). Pemanasan bahan menyebabkan atom-atom dalam kristal mengalami vibrasi dan difusi ke daerah yang kosong.

Hormon dan Patel telah meneliti bahwa *naringenin* mampu menghalangi pengambilan *glukosa-insulin stimulated* dalam perkembangbiakan sel kanker

payudara, selanjutnya dalam penelitian Affandi mengkaji transformasi *fase naringenin* apabila diberi perlakuan termal dengan *Differential Thermal Analyzer (DTA)*. Namun dalam penelitian sebelumnya aspek perubahan struktur kristal dari *naringenin* apabila diberikan perlakuan termal belum diuji, oleh karena itu dalam penelitian ini akan mengkaji perubahan struktur kristal dan ukuran butir kristal pada *naringenin* sebelum dipanaskan (*fresh*), *naringenin* yang telah dipanaskan sampai temperatur *onset* dan *naringenin* yang telah dipanaskan sampai temperatur *melting point*.

## 1.2. Perumusan Masalah

Berdasarkan latar belakang di atas, permasalahan yang akan dibahas adalah sebagai berikut :

1. Bagaimanakah struktur kristal *naringenin* sebelum dipanaskan, *naringenin* yang telah mengalami pemanasan sampai temperatur *onset* dan *naringenin* yang telah mengalami pemanasan sampai temperatur *melting point*?
2. Bagaimanakah pengaruh temperatur terhadap ukuran butir kristal pada *naringenin*?

## 1.3. Batasan Masalah

Dalam Penelitian ini permasalahan dibatasi pada hal-hal sebagai berikut:

1. Proses pemanasan menggunakan *oven furnace*, yaitu *naringenin* dipanaskan sampai pada temperatur *onset* dan temperatur *melting point*.

2. Mengidentifikasi struktur kristal *naringenin* dengan menggunakan metode difraksi sinar-X.

#### 1.4. Tujuan Penelitian

Tujuan penelitian ini adalah :

1. Menentukan struktur kristal *naringenin* sebelum dipanaskan, *naringenin* yang telah mengalami pemanasan sampai temperatur *onset* dan *naringenin* yang telah mengalami pemanasan sampai temperatur *melting point*.
2. Mempelajari pengaruh temperatur terhadap ukuran butir kristal pada *naringenin*.

#### 1.5. Manfaat Penelitian

Memberikan informasi mengenai struktur kristal *naringenin* sebelum dipanaskan (*fresh*), *naringenin* yang telah mengalami pemanasan sampai temperatur *onset* dan *naringenin* yang telah mengalami pemanasan sampai temperatur *melting point*, sehingga diharapkan dapat dimanfaatkan lebih lanjut dalam penelitian *Biomedical* atau *Biochemical*.

#### 1.6. Sistematika Penulisan

Skripsi ini ditulis dengan sistematika sebagai berikut :

BAB I      PENDAHULUAN

BAB II     TINJAUAN PUSTAKA

**BAB III METODOLOGI PENELITIAN****BAB IV ANALISA DAN PEMBAHASAN****BAB V SARAN DAN KESIMPULAN**

Pada BAB I dijelaskan mengenai latar belakang masalah, rumusan masalah, batasan masalah, tujuan dan manfaat penelitian serta sistematika penulisan skripsi. BAB II uraian tentang tinjauan pustaka yang terkait dengan judul. Di sini materi yang dibahas adalah teori tentang *flavonoid*, *naringenin*, perubahan wujud, DTA, *Annealing*, kristalisasi, struktur kristal (sistem kristal, indeks Millers dan kisi balik), struktur kristal monoklinik, difraksi sinar-X pada kristal, Intensitas berkas sinar-X, dan metode difraksi bubuk.

BAB III metodologi penelitian yang menjelaskan tentang tempat dan waktu berlangsungnya penelitian, alat dan bahan yang digunakan serta cara kerja dalam penelitian. BAB IV merupakan pembahasan dari hasil penelitian, yang mana pada bab ini mencantumkan data-data yang diperoleh dalam penelitian lalu dari data tersebut dibahas dan dianalisa dengan membandingkan antara teori dan eksperimen. Pada BAB V merupakan bab yang berisikan kesimpulan dari hasil analisa dan saran untuk penelitian pengembangan lebih lanjut.





## BAB II

### TINJAUAN PUSTAKA

#### 2.1. Flavonoid

*Flavonoid* adalah kelas dari *metabolit skunder* dari tumbuhan yang memiliki fungsi penting, yaitu untuk memberikan perlindungan terhadap radiasi sinar *ultraviolet-B* dan menyediakan pigmen warna merah sampai warna biru dalam pembentukan bunga, buah dan daun. Di samping itu juga memperlihatkan suatu cakupan yang luas mengenai kekayaan biologi Indonesia ([www.chemicaland21.com](http://www.chemicaland21.com)). Secara umum *flavonoid* digolongkan ke dalam enam sub-sub kelas utama di bawahnya, antara lain: *flavonols*, *flavones*, *isoflavones*, *flavanols*, *anthocyanidins* dan *flavonones*.

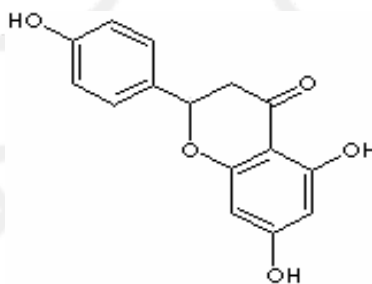
Berdasarkan penelitian di Universitas Ontario London, mengemukakan bahwa *flavonoid* tertentu berperan menghalangi pengambilan glukosa dalam sel. Kelas ini juga memiliki efek yang bagus dalam dunia kesehatan karena *anti oksidannya* mampu menghambat dan mengerutkan tumor (So dkk, 1996). *Flavonoid* menyediakan perlindungan untuk melawan penyakit melalui *anti oksidant*, *vitamin* atau *enzim* (Buhler dan Miranda, 2003).

## 2.2. Naringenin

*Naringenin* merupakan salah satu anggota *flavonones*, yang merupakan sub kelas spesifik *flavonoid* biasanya dalam kimia dinamakan *4,5,7-Trihydroxyflavone*. *Naringenin* banyak terdapat dalam buah anggur (So dkk, 1996) dan buah jeruk (Heo dkk, 2004).

*Naringenin* berperan menghalangi pengambilan *glukosa-insulin stimulated* dalam perkembangbiakan sel kanker dada dan MCF-7 (suatu mekanisme sel untuk melemahkan perkembangbiakan kanker). *Naringenin* juga berperan dalam *phosphorylation P44/P42 proteine nitrogen-actived kinase (NAPK)*. Suatu NAPK kinase penghambat, dapat mengurangi pengambilan *glukosa insulin-stimulated* kira-kira 60%. Dalam 10 mM *naringenin* dapat mengurangi pengambilan *glukosa insulin-stimulated* hampir 25% (Harmon dan Patel, 2004).

Struktur kimia *naringenin* dapat dilihat pada gambar 2.1. berikut ini :



**Gambar 2.1. Struktur kimia *Naringenin*** ([www.chemicaland21.com](http://www.chemicaland21.com))

Beberapa karakter *naringenin* yang perlu diketahui sebagai berikut :

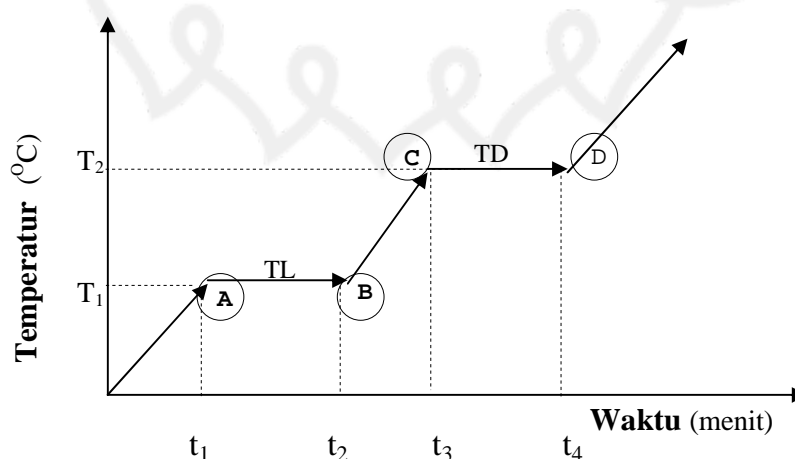
1. Rumus Molekul  $C_{15}H_{12}O_5$ .
2. Berat Molekul 272.26.
3. Warna Powder kekuningan.

4. Dapat larut dalam alkohol.
5. *Melting pointnya* antara 247°C-250°C.
6. Disimpan dalam suhu sekitar 20°C.

### 2.3. Perubahan Wujud

Segumpal es akan berubah menjadi air bila dipanaskan, demikian pula air apabila dipanaskan dapat menjadi uap air. Dari contoh ini bisa disimpulkan bahwa dari zat sama apabila dipanaskan akan terjadi perubahan wujud yang berbeda-beda. Perubahan wujud tersebut akibat adanya pelepasan atau penyerapan kalor oleh sistem.

Suatu material apabila diberikan perlakuan panas secara terus menerus maka temperaturnya akan bertambah, dan pada keadaan tertentu temperaturnya menjadi konstan dengan syarat pada tekanan konstan pula. Pada temperatur konstan tersebut, panas yang terabsorpsi oleh zat digunakan untuk melakukan perubahan wujud. Proses perubahan wujud zat digambarkan sebagai berikut:



Gambar 2.2. Transformasi fase dari suatu zat

Berdasarkan gambar 2.2. bahwa nilai  $T_1$  pada sumbu Temperatur menunjukkan titik lebur, sedangkan  $t_1$  menunjukkan waktu zat mulai melebur dan pada saat  $t_2$  seluruh zat tepat melebur semua dari padatan. Jika kalor terus menerus diberikan maka suhu zat akan naik, sehingga pada saat  $t_3$  temperatur mencapai harga  $T_2$ . Pada temperatur tersebut nilainya tetap meskipun kalor terus menerus diberikan, hal tersebut terjadi karena sedikit demi sedikit zat cair mulai berubah menjadi gas. Peristiwa demikian dikatakan bahwa zat cair itu mendidih, dan suhu  $T_2$  disebut titik didih. Titik didih (TD) suatu zat adalah harga temperatur saat sejumlah zat cair berubah seluruhnya menjadi uap jika dipanaskan pada tekanan konstan. Sedangkan titik lebur (TL) adalah harga temperatur saat sejumlah zat padat berubah seluruhnya menjadi zat cair jika dipanaskan pada tekanan konstan (Mulyatno dkk, 1992).

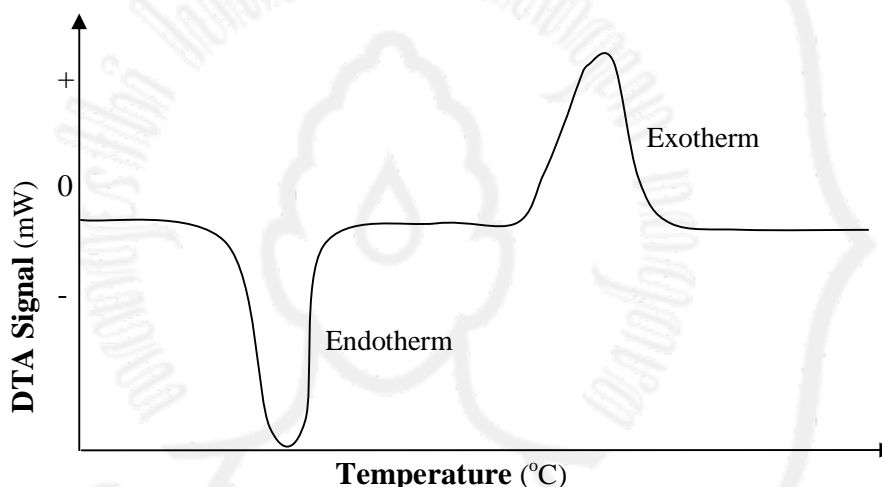
Titik lebur suatu zat padat dapat digunakan untuk memprediksi kemurnian dari suatu unsur. Campuran zat padat meleleh pada temperatur di bawah titik lebur dari pada zat padat yang murni.

#### **2.4. Differential Thermal Analyzer (DTA)**

Menurut *International Conferenderation for Thermal Analisis*, bahwa analisis termal adalah metode untuk menganalisa suatu material apabila diberikan perlakuan temperatur. *Differential Thermal Analyzer (DTA)* mengukur perbedaan temperatur (T) antara sampel dan material pembanding (*inert*) sebagai fungsi temperatur, oleh karena itu DTA mendeteksi perubahan panas yang terjadi. Pada

DTA panas yang diabsorpsi dan dipancarkan oleh sistem dapat diselidiki dengan mengukur perbedaan temperatur antara keduanya.

Hasil proses pemanasan dan pendinginan pada DTA ditampilkan dalam diferensial termogram dengan sumbu Y sebagai sinyal DTA (mikro volt) yang bisa dikonversi ke dalam bentuk mW dan sumbu X adalah temperatur sampel ( $^{\circ}\text{C}$ ) ([www.ortonceramic.com](http://www.ortonceramic.com),2003). Hasil yang diperoleh dari DTA ditampilkan dalam bentuk kurva yang idealnya seperti pada gambar 2.3. (Dodd, 1987) berikut :



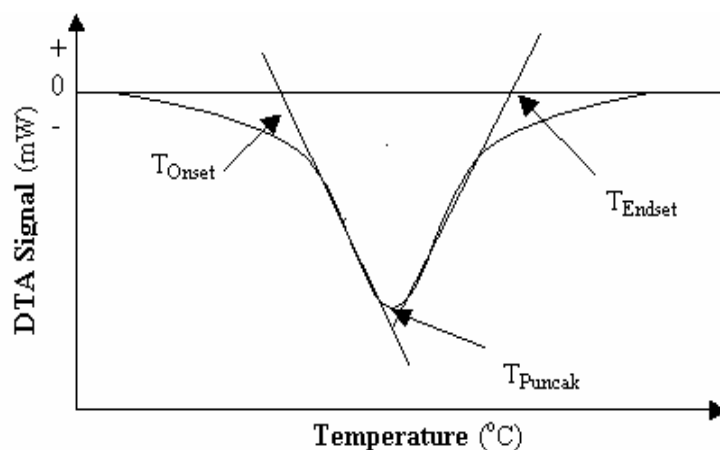
**Gambar 2.3. Kurva Ideal DTA**

Dalam DTA, termokopel sampel dan termokopel pembanding dipanaskan oleh sumber pemanas tunggal, sehingga temperatur input antara ke duanya sama. DTA akan mengukur perbedaan temperatur out put ( $\Delta T$ ) antara termokopel sampel dan termokopel pembanding. Dari gambar 2.3. di atas jika tidak ada reaksi dalam material sampel dan material pembanding, maka kecepatan aliran panas (*heat flow*) yang masuk *balance*. Dalam keadaan seimbang tersebut temperatur kedua

termokopel bertambah dengan kecepatan yang sama pula. Dengan perbedaan temperatur termokopel nol, maka dihasilkan suatu garis datar.

Reaksi endotermis adalah reaksi yang menyerap sejumlah tertentu energi. Pada reaksi endotermis; saat temperatur terus bertambah, maka jumlah aliran panas makin besar. Panas yang masuk pada sampel digunakan untuk reaksi (menyerap energi), sehingga mengakibatkan temperaturnya tetap konstan. Sedangkan panas yang masuk pada pembanding akan terus bertambah karena tidak ada reaksi di dalamnya, sehingga temperaturnya naik konstan. Perbedaan sinyal antara kedua termokopel menjadi negatif atau kurva DTA turun (-). Saat reaksi endotermis berakhir temperatur sampel kembali naik cepat sejajar dengan pembanding atau kurva DTA seimbang (nol). Reaksi endotermis membentuk pola lembah dalam kurva DTA.

Reaksi eksotermis adalah reaksi yang melepaskan sejumlah tertentu energi. Pada reaksi eksotermis; ketika temperatur terus bertambah, temperatur pada sampel naik dengan cepat dibanding temperatur luarnya, sedangkan temperatur pada pembanding naik konstan karena tidak ada reaksi/transformasi fase. Perbedaan sinyal antara kedua termokopel menjadi positif atau kurva DTA naik (+). Setelah reaksi eksotermis berakhir temperatur sampel tetap konstan, sedangkan temperatur pembanding bertambah konstan sehingga menjadi sejajar dengan temperatur sampel atau kurva DTA menjadi seimbang (nol). Reaksi eksotermis membentuk pola gunung dalam kurva DTA.



**Gambar 2.4. Spektra puncak DTA**

Pemanasan sampel pada DTA bisa mendeteksi transformasi fase seperti ditandai adanya kurva spektra di atas. Dari kurva spektra gambar 2.4. akan dapat ditentukan panas yang diserap, *melting point*, *onset*, *endset* dan *enthalpi spesifik* dari sampel.

Temperatur *onset* adalah standar identifikasi dari permulaan transformasi atau suhu di mana suatu kristal dalam keadaan mulai meleleh. Temperatur *endset* adalah standar identifikasi dari akhir transformasi atau suhu di mana suatu kristal telah berubah susunan atomnya menjadi tidak beraturan. Sedangkan temperatur puncak (*melting point*) adalah suhu paling puncak yang merupakan rata-rata temperatur *onset* dan *melting point*. Luasan kurva menggambarkan banyaknya panas yang diserap oleh sampel untuk transformasi fase dari padat menjadi cair.

## 2.5. Annealing

Anil (*annealing*) adalah suatu proses pemanasan yang agak lama pada suatu bahan kemudian didinginkan secara perlahan-lahan (Van Vlack, 1994). Dengan

pemanasan akan mengakibatkan atom-atom dalam kristal bebas bergerak mengalami vibrasi dan berdifusi ke daerah kosong, sehingga perlakuan anil pada suatu bahan diperkirakan bisa memulihkan struktur kristal yang cacat menjadi struktur yang sempurna.

Secara umum akibat dari proses anil ada tiga, yaitu: pemulihan, rekristalisasi dan pertumbuhan butir. Hasil dari proses anil sebagian dapat diteliti dengan bantuan metode optik seperti difraksi sinar-X.

Tahap-tahap yang terjadi akibat proses anil (Smallman, 1991) :

a. Pemulihan

Dalam tahap pemulihan menggambarkan adanya perubahan yang terjadi pada distribusi dan rapat cacat yang berhubungan dengan perubahan fisik serta mekanik pada kristal yang terdeformasi sebelum terjadi rekristalisasi. Adanya termal memungkinkan dislokasi-dislokasi akan membentuk sub batas dengan proses peniadaan dan penyusunan kembali membentuk dinding sel atau poligonisasi. Poligonisasi merupakan cara pembentukan sub batas butir sederhana, di mana dislokasi sisi berubah susunan dari pengelompokan horizontal menjadi pengelompokan vertikal.

b. Rekristalisasi

Rekristalisasi adalah merupakan proses perubahan yang sangat penting dalam hal sifat struktur kristalnya. Dalam tahap ini kisi yang terdeformasi diganti sepenuhnya oleh kisi baru tanpa regangan dengan cara proses nukleasi dan



perkembangan. Orientasi butir kristal baru berbeda dengan orientasi kristal lama yang telah digantikannya, sehingga proses pertumbuhan dianggap inkoheren.

Dalam laju rekristalisasi dipengaruhi beberapa faktor, yaitu: jumlah deformasi sebelumnya, temperatur *annealing* dan kemurnian dari suatu bahan (Smallman, 1991).

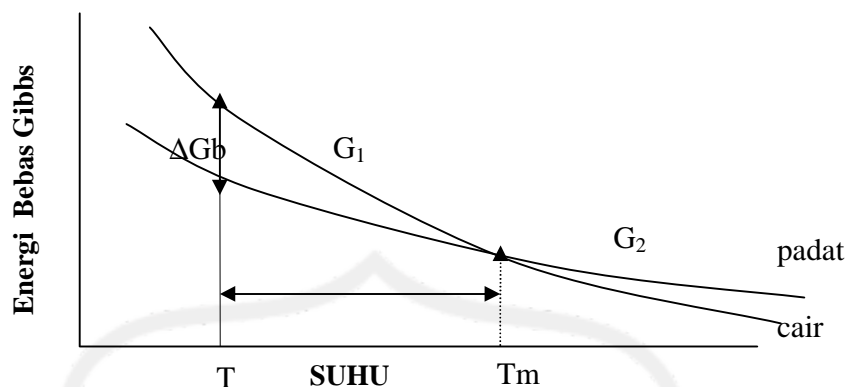
#### c. Pertumbuhan butir

Proses pertumbuhan butir akan terjadi setelah rekristalisasi berakhir. Pada tahap ini kristal baru yang tumbuh telah berubah menggantikan semua bahan yang mengalami regangan, energi bahan dapat berkurang karena luas total permukaan butirnya berkurang. Butir yang kecil akan menyusut dan kembali mencair serta butiran yang besar akan konstan tumbuh/bertahan jika penganilan berlangsung baik.

### 2.6. Kristalisasi

Kristalisasi dapat terjadi pada proses perubahan material dari fase cair menjadi fase padat di bawah temperatur *melting point* ( $T_m$ ), namun kristalisasi juga bisa terjadi pada temperatur tersebut jika dalam bahan terdapat impurity. Kristalisasi dilihat dari susunan atomnya merupakan perubahan dari susunan atom yang tidak teratur (*amorf*) menjadi susunan yang teratur (kristal).

Perubahan fungsi bebas Gibbs spesifik karena perubahan keadaan sistem yang melibatkan perubahan fase ditunjukkan oleh gambar 2.5. berikut :



**Gambar 2.5. Diagram hubungan antara perubahan energi bebas Gibbs dan suhu (Jones, 2002)**

Pada gambar 2.5.  $G_1$  adalah fungsi Gibbs spesifik fase cair dan  $G_2$  adalah fungsi Gibbs spesifik fase padat. Pada titik transformasi kesetimbangan merepresentasikan keadaan transisi di mana terjadi perubahan fase dari cair ke fase padat dan pada keadaan transisi berlaku  $G_1 = G_2$ . Untuk merubah material cair ke padat akan terjadi pelepasan energi, sebaliknya untuk merubah padatan ke bentuk cairan akan diperlukan energi. Dari dua peristiwa tersebut, bahwa proses untuk mengembalikan suatu material ke bentuk semula pada temperatur pendinginan yang sama terdapat selisih energi bebas Gibbs. Perubahan energi bebas perunit volume dari fase cair ke fase padat pada derajat pendinginan  $\Delta T$  adalah (Jones, 2002).

$$\Delta G_b = - \frac{\Delta H_m \Delta T}{T_m} \quad (2.1)$$

Dimana  $\Delta G_b$  adalah selisih energi bebas Gibbs,  $\Delta H_m$  adalah selisih entalpi pada bahan saat melebur,  $\Delta T$  adalah selisih temperatur sedangkan  $T_m$  adalah merupakan titik lebur dari sampel.

Pada kristalisasi ditandai munculnya inti kristal baru secara spontan saat cairan didinginkan di bawah  $T_m$ . Dapat dibayangkan bahwa pada tahap nukleasi primer sedikit molekul terbungkus bagian demi bagian menjadi sebuah bola kristal kecil dengan jari-jari  $r$ . Proses ini melibatkan perubahan energi bebas permukaan kristal, yang mana energi permukaan cenderung menjadikan  $G$  bertambah. Sehingga perubahan energi bebas Gibbs  $\Delta G(r)$  pengintian kristalnya adalah :

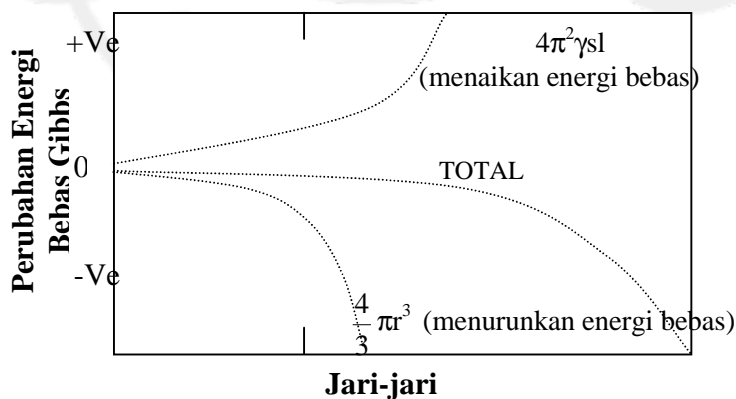
$$\Delta G(r) = \frac{4}{3} \pi r^3 \Delta G_b + 4\pi^2 \gamma_s l \quad (2.2)$$

Di mana  $\gamma_s l$  adalah energi bebas interfasial (permukaan).

Ikatan molekul dalam kristal menyebabkan pengurangan  $G$  yang besarnya tergantung dari volume kristal. Dari kombinasi persamaan (2.1) dan (2.2) akan diperoleh persamaan :

$$\Delta G(r) = -\frac{4}{3} \pi r^3 \frac{\Delta H_m \Delta T}{T_m} + 4\pi^2 \gamma_s l \quad (2.3)$$

fungsi dari persamaan di atas dapat digambarkan sebagai berikut :



Gambar 2.6. Diagram perubahan energi bebas Gibbs pengintian kristal di bawah  $T_m$  (Jones, 2002).

Persamaan (2.3) dapat digunakan untuk mendapatkan nilai  $r$ . Peristiwa terjadi keadaan kritis panjang  $r$  akan tercapai dan akan stabil jika ( $\Delta G(r) = 0$ ) atau

$\left(\frac{dG(r)}{dr} = 0\right)$  maka :

$$r^* = \frac{2\gamma_s l T_m}{\Delta H_m \Delta T} \quad (2.4)$$

Jari-jari kristal kritis ( $r^*$ ) yaitu besarnya jari-jari minimum yang diperlukan agar kristal dapat terbentuk. Kristal dengan jari-jari lebih kecil dari jari-jari kritis  $r^*$  adalah tidak stabil dan akan mencair kembali. Sedangkan kristal dengan jari-jari lebih besar dari jari-jari kritis akan tumbuh secara kontinyu (Jones, 2002).

Besarnya energi bebas perintang agar sebuah kristal dapat tumbuh bisa ditentukan dengan mengkombinasi persamaan (2.3) dan persamaan (2.4), yaitu :

$$\Delta G^* = \frac{16\gamma_s^3}{3} \left(\frac{T_m}{\Delta H_m}\right)^2 \frac{1}{\Delta T^2} \quad (2.5)$$

Dengan probabilitas pengintiannya sebanding dengan  $\exp(-\Delta G^*/KbT)$  yang disebut juga faktor Boltzman. Dengan demikian jika energi bebas perintang  $\Delta G^*$  besar, maka probabilitas pengintiannya kecil. Persamaan ini hanya berlaku untuk larutan murni/tidak ada impurity atau pengintian homogen.

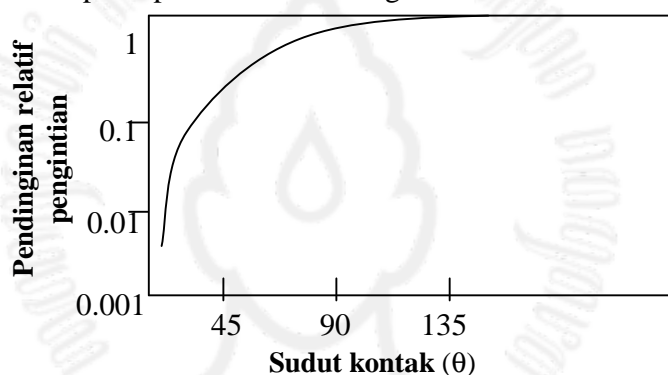
Pada kenyataannya dalam larutan banyak terdapat katalis semacam partikel debu atau kotoran, baik dari wadah maupun pengaduk yang dapat menurunkan energi bebas perintang  $\Delta G^*$ . Jika terjadi proses kristalisasi dalam kondisi seperti ini, disebut

pengintian heterogen. Besarnya energi bebas perintang  $\Delta G^*$  yang harus diatasi agar kristal terbentuk pada pengintian tersebut adalah :

$$\Delta G^* = \frac{16\pi}{3} \gamma_{sl}^3 \left( \frac{T_m}{\Delta H_m} \right)^2 \frac{1}{\Delta T^2} \frac{(1 - \cos \theta)^2 (2 + \cos \theta)}{4} \quad (2.6)$$

Di mana  $\theta$  adalah sudut kontak katalis.

Untuk sudut kontak lebih kecil dari  $90^\circ$  akan terjadi penurunan energi bebas perintang atau akan terjadi penurunan derajat pendinginan yang diperlukan untuk pengintian. Hal ini dapat diperlihatkan dalam gambar 2.7. berikut :



**Gambar 2.7. Perbandingan energi bebas perintang pengintian heterogen pada berbagai sudut kontak (Jones, 2002).**

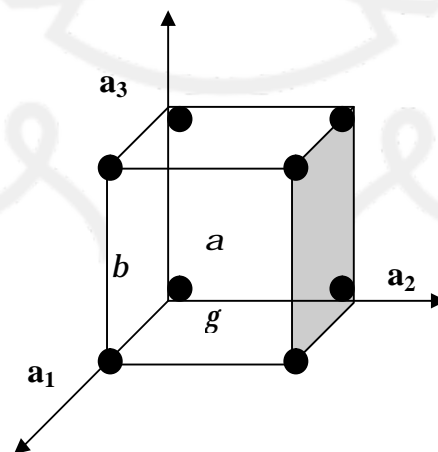
Berdasarkan gambar 2.7. terlihat bahwa adanya katalis dalam proses kristalisasi akan menurunkan energi bebas perintang, akibatnya peluang tumbuhnya kristal baru lebih besar atau bisa dikatakan katalis berperan sebagai benih kristal dari padatan.

## 2.7. Struktur Kristal

Struktur kristal adalah susunan khas atom-atom dalam suatu kristal. Berdasarkan susunan atomnya, material zat padat dikelompokkan menjadi tiga, yaitu; *monocrystalline*, *polycrystalline* dan *amorf*.

Kristal tersusun atas atom-atom, molekul atau ion-ion yang tertata dalam pola tiga dimensi secara periodik sampai tak berhingga ke segala arah atau memiliki keteraturan berjangkauan panjang, sedangkan *amorf* merupakan material yang memiliki periodisitas keteraturan pendek atau susunan atomnya tidak teratur (Callister, 1994). Kristal yang terbentuk dari beberapa *monocrystalline* yang dipisahkan oleh batas butiran (*Grain boundary*) disebut dengan material *polycrystalline*.

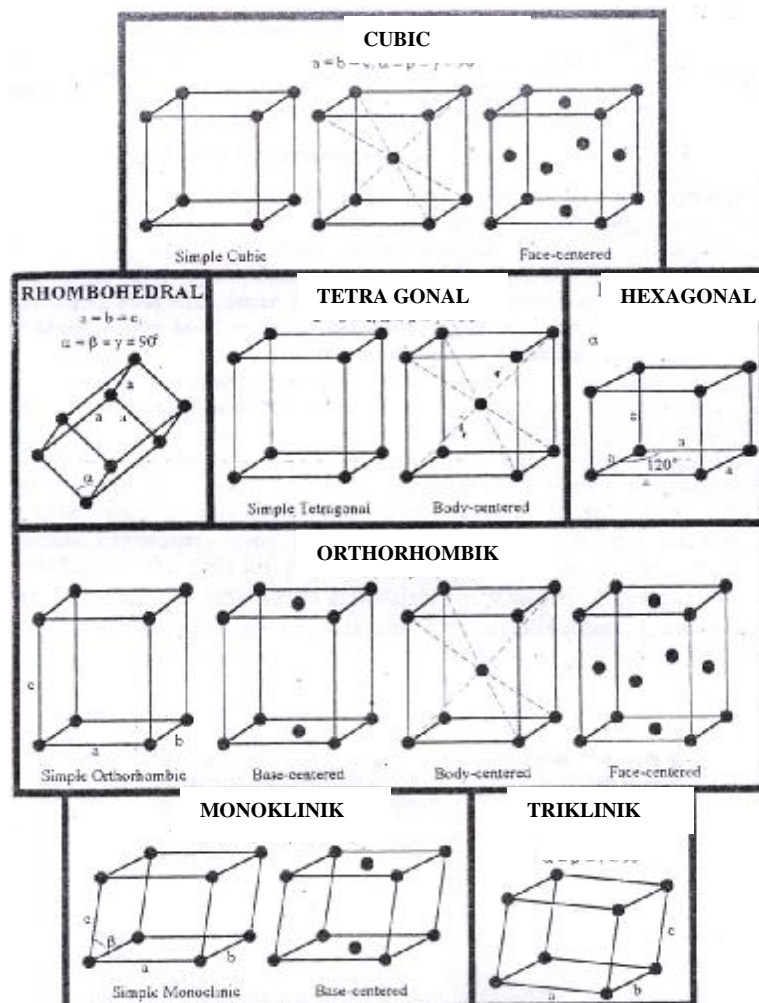
Dalam tiga dimensi posisi atom-atom ditunjukkan pada titik-titik yang identik dan tersusun teratur yang disebut dengan kisi titik. Suatu kristal dibangun oleh banyak sel satuan. Sel satuan merupakan volume (luas dalam dua dimensi) terkecil yang tersusun secara berdampingan dalam satu sisi kristal membentuk kisi kristal secara simetris. Geometris sel satuan dinyatakan dengan panjang sumbu ( $a_1, a_2, a_3$ ) dan sudut antar sumbu ( $\alpha, \beta, \gamma$ ).



Gambar 2.8. Sel satuan kristal (Omar, 1993).

### 2.7.1. Sistem Kristal dan Kisi Bravais

Bentuk geometri kristal dikelompokkan ke dalam empat belas kisi Bravais dan tujuh sistem kristal seperti terlihat pada gambar 2.9. dan tabel 2.1. Pengelompokan menjadi tujuh sistem ini ditentukan oleh bentuk dan simetri sel satuan. Perbedaan setiap sistem ditentukan oleh perbedaan panjang vektor ( $a_1, a_2, a_3$ ) serta perbedaan sudut ( $\alpha, \beta, \gamma$ ).



Gambar 2.9. Empat belas kisi Bravais dan tujuh sistem kristal (Smallman, 1991)

Sistem	Panjang vektor dan sudut	Kisi Bravais	Simbol kisi
Kubus	$a_1 = a_2 = a_3, \alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$	Sederhana Pusat badan Pusat muka	P I F
Tetragonal	$a_1 = a_2 \neq a_3, \alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$	Sederhana Pusat badan	P I
Orthorhombik	$a_1 \neq a_2 \neq a_3, \alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$	Pusat badan Sederhana Pusat alas Pusat muka	I P C F
Rhombohedral	$a_1 = a_2 = a_3, \alpha = \beta = \gamma \neq 90^\circ$	Sederhana	P
Heksagonal	$a_1 = a_2 \neq a_3, \alpha = \beta = 90^\circ, \gamma = 120^\circ$	Sederhana	P
Monoklinik	$a_1 \neq a_2 \neq a_3, \alpha = \gamma = 90^\circ \neq \beta$	Sederhana Pusat alas	P C
Triklinik	$a_1 \neq a_2 \neq a_3, \alpha \neq \beta \neq \gamma \neq 90^\circ$	Sederhana	P

**Tabel 2.1. Sistem Kristal dan Kisi Bravais (Cullity dan Stock, 2001)**

Ada dua macam kisi kristal, yaitu kisi Bravais dan kisi non Bravais. Kisi Bravais semua titik pada kisi ekuivalen, dengan sendirinya semua atom pada kristal juga ekuivalen. Sedangkan pada kisi non Bravais beberapa titik tidak ekuivalen dengan yang lainnya meskipun titik-titik tersebut ekuivalen sesamanya.

### 2.7.2. Indeks Millers

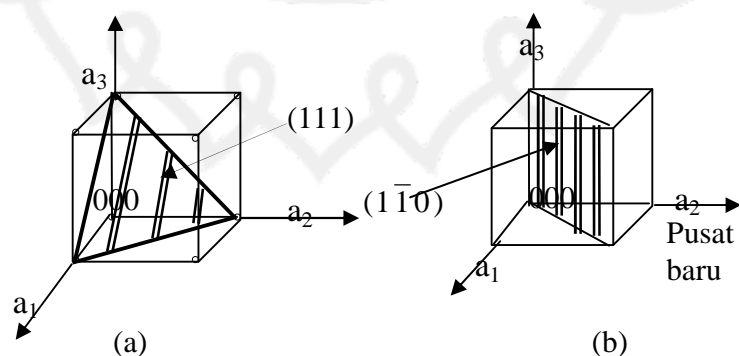
Apabila dua titik atom dalam sebuah sel satuan dihubungkan dengan sebuah garis lurus maka arah garis tersebut dinamakan arah kristal, yang biasa dituliskan dengan  $[u, v, w]$ . Untuk mengkaji lebih lanjut tentang sebuah kristal diperlukan pemahaman arti dari arah kristal dan arah bidang kristal (indeks Millers). Indeks



Millers menentukan arah suatu bidang pada suatu kristal. Indeks Millers dinotasikan dengan (hkl).

Dalam menentukan nilai hkl ada aturan-aturan tertentu yang biasa digunakan sebagai penentu arah bidang kristal. Adapun aturan-aturan tersebut adalah (Callister, 1994; Suryanarayana dan Norton, 1998) :

- Indeks Millers ditulis dengan tanda kurung ( ).
- Menentukan titik perpotongan bidang dengan sumbu x, sumbu y dan sumbu z.
- Bidang yang tidak memotong sumbu titik potongnya  $\infty$ , sehingga untuk menghindari notasi  $\infty$  titik potong diambil kebalikannya.
- Indeks Millers berupa bilangan bulat, jika indeks millers bilangan pecahan maka harus dikalikan dengan kelipatan persekutuan kecilnya.
- Jika bidang melalui titik pusat (0,0,0) maka dibuatkan titik pusat baru dari sudut sel tetangga.



**Gambar 2.10. Indeks Millers kristal kubus (a). (111). (b). (1 $\bar{1}$ 0).**

Pada gambar (a) bahwa sumbu x, sumbu y dan sumbu z terpotong sebesar satu sel oleh bidang sehingga titik potongnya 1,1,1. Selanjutnya titik terpotong tersebut dibalik menjadi  $\frac{1}{1} \frac{1}{1} \frac{1}{1}$ . Karena nilai penyebutnya sama, maka indeks Millersnya (111). Gambar (b) terlihat sebuah bidang yang memotong titik pusat (0,0,0), sehingga harus dibuatkan titik pusat baru pada sudut sel tetangga (geser kanan). Selanjutnya dari gambar tersebut terlihat bahwa bidang memotong sumbu x = 1, sumbu y = -1 dan sumbu z =  $\infty$ . Untuk menghindari notasi  $\infty$  titik potong diambil kebalikannya menjadi  $\frac{1}{1} \frac{1}{-1} \frac{1}{\infty}$ , sehingga diperoleh harga indeks Millernya (1  $\bar{1}$  0).

### 2.7.3. Jarak Antar Bidang dan Kisi Balik

Jika suatu kristal mendifraksi sinar-X maka pola difraksi yang dihasilkan berada pada ruang balik (R.Sudirman, 1994). Vektor basis  $\mathbf{a}_1, \mathbf{a}_2$  dan  $\mathbf{a}_3$  pada kristal dapat digunakan untuk mendefinisikan vektor basis baru  $\mathbf{b}_1, \mathbf{b}_2$  dan  $\mathbf{b}_3$  dengan hubungan sebagai berikut :

$$\mathbf{b}_1 = \frac{2\pi}{\Omega} (\mathbf{a}_2 \times \mathbf{a}_3), \quad \mathbf{b}_2 = \frac{2\pi}{\Omega} (\mathbf{a}_3 \times \mathbf{a}_1), \quad \mathbf{b}_3 = \frac{2\pi}{\Omega} (\mathbf{a}_1 \times \mathbf{a}_2) \quad (2.7)$$

dengan  $\Omega = \mathbf{a}_1 \cdot (\mathbf{a}_2 \times \mathbf{a}_3)$  adalah volume sel satuan. Masing-masing vektor kisi balik tegak lurus di antara sumbu yang lainnya, dimana  $\mathbf{b}_1$  tegak lurus antara  $\mathbf{a}_2$  dan  $\mathbf{a}_3$  demikian juga untuk  $\mathbf{b}_2$  dan  $\mathbf{b}_3$  yang dinyatakan dengan *cross product*.

Dengan vektor basis baru dapat dibentuk vektor translasi dalam kisi baru

$$\mathbf{\hat{G}}_n = n_1 \mathbf{\hat{b}}_1 + n_2 \mathbf{\hat{b}}_2 + n_3 \mathbf{\hat{b}}_3 \quad (2.8)$$

dimana  $n_1$ ,  $n_2$  dan  $n_3$  adalah bilangan bulat. Kisi baru yang dihasilkan ini disebut kisi balik, dan  $\mathbf{\hat{b}}_1$ ,  $\mathbf{\hat{b}}_2$  dan  $\mathbf{\hat{b}}_3$  adalah vektor balik. Hubungan penting antara dua vektor yang dinyatakan dengan *scalar product* disebut dengan kondisi normal atau orthogonal yaitu :

$$\mathbf{\hat{a}}_i \cdot \mathbf{\hat{b}}_j = \delta_{ij} \begin{cases} 1, i=j \\ 0, i \neq j \end{cases} \quad (2.9)$$

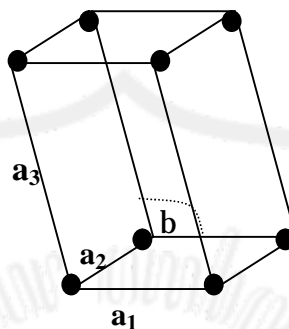
Kisi balik berada di ruang balik, sehingga perlu dihubungkan dengan kisi kristal yang berada di ruang biasa. Jika ada bidang dalam kisi kristal berindeks Millers (hkl) sama dihubungkan dengan vektor translasi  $\mathbf{\hat{G}}_{hkl} = h\mathbf{\hat{b}}_1 + k\mathbf{\hat{b}}_2 + l\mathbf{\hat{b}}_3$  dalam kisi balik yang bersangkutan, maka diperoleh sifat bahwa vektor  $\mathbf{\hat{G}}_{hkl}$  tegak lurus bidang (hkl) serta jarak antar bidang (hkl) jika dihubungkan dengan  $\mathbf{\hat{G}}_{hkl}$  adalah :

$$d_{hkl} = \frac{2\pi}{|\mathbf{\hat{G}}_{hkl}|} \quad (2.10)$$

## 2.8. Struktur Kristal Monoklinik

Sistem kristal monoklinik dibagi menjadi dua, yaitu monoklinik sederhana dan monoklinik pusat alas. Adapun dilihat dari strukturnya bahwa sel monoklinik memiliki panjang masing-masing sumbunya berbeda ( $a_1 \neq a_2 \neq a_3$ ), di mana salah satu sumbu dari ketiganya tidak tegak lurus dengan kedua sumbu yang lainnya

( $\alpha=\gamma=90^\circ\neq\beta$ ). Sel monoklinik jika diputar  $180^\circ$  akan berorientasi setara (Smith, 1993).



**Gambar 2.11. Sel Satuan Monoklinik (Callister, 1994).**

Apabila titik-titik kisi diletakkan atom-atom, maka terjadilah kristal. Atom-atom pada titik kisi disebut sebagai basis, sehingga struktur kristal terbentuk oleh kisi Bravais dan basis.

Struktur kristal monoklinik memiliki dua struktur yaitu :

1. Struktur kristal monoklinik sederhana (*simple*).

Monoklinik sederhana memiliki sebuah atom yang terbagi dalam seperdelapan atom yang terletak pada tiap sudutnya.

2. Struktur kristal monoklinik pusat alas (*base-centered*).

Monoklinik pusat alas terdiri dua atom sel, di mana seperdelapan bagian dari atomnya terletak di tiap sudutnya dan yang setengah bagian dari atomnya terletak di pusat atas dan pusat bawah.

Vektor translasi untuk sistem monoklinik adalah sebagai berikut :

$$G_{hkl} = \frac{2ph\hat{x}}{a_1} + \frac{2pk\hat{y}}{a_2} + 2\pi \left[ \frac{l}{a_3 \sin \beta} - \frac{\cos \beta h}{a_1 \sin \beta} \right] \hat{z} \quad (2.11)$$

Sehingga pada sistem monoklinik antara dua bidang yang berindeks Millers sama dan berdekatan, dipisahkan oleh jarak antar bidang  $d_{hkl}$ , yang dinyatakan dengan persamaan (2.12) berikut ini (Suryanarayana dan Norton, 1998) :

$$\frac{1}{(d_{hkl})^2} = \frac{1}{\sin^2 \beta} \left( \frac{h^2}{a_1^2} + \frac{k^2 \sin^2 \beta}{a_2^2} + \frac{l^2}{a_3^2} - \frac{2hl \cos \beta}{a_1 a_3} \right) \quad (2.12)$$

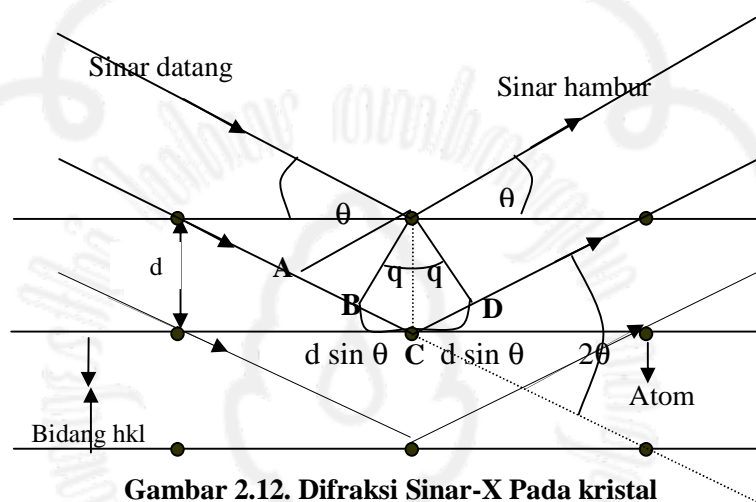
## 2.9. Difraksi Sinar-X pada Kristal

Ketika sinar-X dijatuhkan pada material kristal, yang terjadi adalah penghamburan berkas sinar oleh elektron dalam kristal karena energi yang diserap dari sinar-X menyebabkan berosilasinya elektron atom. Saat elektron kembali ke keadaan semula akan disertai emisi sinar-X (Suryanarayana dan Norton, 1998). Proses penyerapan dan pemancaran kembali sinar-X disebut *Scattering*.

Berkas sinar-X akan dihamburkan ke segala arah saat menumbuk permukaan kristal. Sinar hambur dari tiap atom pada bidang akan saling berinterferensi. Jika sinar hambur dari tiap atom pada bidang sefase, maka akan berinterferensi konstruktif, sebaliknya interferensi destruktif akan terjadi apabila gelombang hambur atom pada bidang berbeda fase  $180^\circ$ . Sinar-sinar yang sefase berbeda lintasan sebesar kelipatan bulat panjang gelombangnya.

W.L.Bragg menghubungkan panjang gelombang sinar-X dan jarak bidang kristal seperti diperlihatkan gambar 2.12. kemudian dikenal dengan hukum Bragg.

Seberkas sinar-X dengan panjang gelombang  $\lambda$  jatuh dengan sudut  $\theta$  pada sekumpulan bidang kristal berjarak  $d$ . Sinar hambur akan tampak apabila berkas dari tiap-tiap bidang yang berdekatan saling menguatkan/sefase. Oleh karena itu jarak tambahan satu berkas dari setiap bidang yang berdekatan dan menempuh jarak sesuai dengan kisi yaitu sebesar  $n\lambda$ .



**Gambar 2.12. Difraksi Sinar-X Pada kristal**

Jika  $\Delta$  adalah beda panjang lintasan, maka :

$$\Delta = n\lambda, \quad \text{dimana } n = 1, 2, 3, 4, \dots$$

Pada gambar 2.12. terlihat bahwa beda panjang lintasan ( $\Delta$ ) adalah :

$$\Delta = BC + CD \quad \text{di mana bahwa } BC = CD$$

$$\Delta = 2BC \quad \text{sedangkan } BC = d \sin \theta$$

$$\text{maka} \quad \Delta = 2d \sin \theta \quad (2.13)$$

Apabila persamaan keduanya disubstitusikan akan diperoleh persamaan baru yang merupakan hukum Bragg sebagai syarat terjadinya difraksi.

$$n\lambda = 2d \sin \theta \quad (2.14)$$

## 2.10. Intensitas berkas Sinar-X yang Terikat

Suatu proses difraksi pada kristal bisa terjadi dengan syarat apabila hukum Bragg terpenuhi. Intensitas relatif dari pola difraksi yang terjadi dipengaruhi oleh enam faktor (Cullity dan Stock, 2001).

### 1. Faktor Polarisasi

Saat seberkas sinar-X ditembakkan pada sebuah atom, maka elektron dalam atom akan berosilasi dan mengalami percepatan karena medan listrik sinar-X. Kemudian mengalami perlambatan sambil memancarkan gelombang elektromagnetik. Pada peristiwa ini, elektron akan menghamburkan sinar-X ke segala arah dan mempunyai panjang gelombang serta frekuensi yang sama dengan berkas sinar-X datang (Cullity dan Stock, 2001). Sinar-X yang dihamburkan ke segala arah oleh elektron tunggal, besarnya intensitasnya ditentukan oleh sudut hambur seperti yang dinyatakan oleh J.J Thomson berikut:

$$I = I_0 \frac{k}{r^2} \left[ \frac{1 + \cos^2 2\theta}{2} \right] \quad (2.15)$$

Di mana  $I$  adalah intensitas berkas hamburan sinar-X,  $I_0$  merupakan intensitas berkas sinar-X datang,  $k$  adalah konstanta ( $7,94 \cdot 10^{-30} \text{ m}^2$ ),  $r$  adalah panjang hamburan dan  $\theta$  adalah sudut hambur bidang Bragg. Sedangkan untuk faktor dalam kurung disebabkan berkas sinar-X datang tidak terpolarisasi yang disebut faktor polarisasi (Cullity dan Stock, 2001).

## 2. Faktor Lorentz

Sinar-X yang mengenai kristal membentuk sudut Bragg akan terdifraksi dengan intensitas maksimum. Sinar-X akan tetap terdifraksi meskipun sudut yang dibentuk sedikit bergeser dari sudut Bragg, sehingga pola yang dihasilkan bukan berupa garis lurus. Hal ini tentu saja akan berpengaruh pada intensitas sinar-X yang terdifraksi yang dinyatakan dengan faktor Lorentz sebagai berikut:

$$\text{Faktor Lorentz} = \frac{1}{4 \sin^2 \theta \cos^2 \theta} \quad (2.16)$$

Di mana  $\theta$  adalah sudut hambur dari bidang Bragg

Persamaan (2.16) bisa dikombinasikan dengan faktor polarisasi sehingga dihasilkan faktor polarisasi-Lorentz, dengan mengabaikan konstanta faktor 1/8 akan diperoleh persamaan sebagai berikut (Cullity dan Stock, 2001) :

$$\text{Faktor polarisasi-Lorentz} = \frac{1 + \cos^2 2\theta}{\sin^2 \theta \cos \theta} \quad (2.17)$$

## 3. Faktor Struktur

Faktor struktur (F) menggambarkan bagaimana susunan atom dalam kristal mempengaruhi intensitas berkas difraksi. Faktor struktur tidak bergantung pada bentuk dan ukuran sel kristal dan ditulis sebagai berikut :



$$F = \sum_1^N f_n e^{2\pi i(hu + kv + lw)} \quad (2.18)$$

Di mana F adalah faktor struktur,  $f_n$  adalah faktor hambur atom ke-n; u, v dan w adalah posisi atom dalam sel; h, k dan l adalah indeks Millers bidang pendifraksi sedangkan N adalah seluruh atom dalam sel satuan (Cullity dan Stock, 2001).

Intensitas berkas yang didifraksi oleh atom dalam unit sel adalah sebanding dengan  $F^2$  di mana jika  $F^2 = 0$  berarti tidak terjadi refleksi sehingga intensitas terhamburnya juga sama dengan nol.

#### 4. Faktor Pengali

Faktor pengali adalah merupakan sekumpulan dari bidang-bidang di mana jarak antar bidang tersebut sama tetapi berorientasi pada posisinya berbeda. Sebagai contoh pada sel kubus, yaitu (100), ( $\bar{1}$ 00), (010), (0 $\bar{1}$ 0), (001) dan (00 $\bar{1}$ ) adalah ekuivalen sehingga faktor P untuk sel kubus adalah 6. Pada tetragonal bahwa bidang (100) dan (001) jaraknya tidak sama, sehingga faktor P untuk bidang (100) menjadi empat dan bidang (001) menjadi dua. Semakin besar faktor pengali maka intensitas yang terdifraksi semakin besar pula (Cullity dan Stock, 2001).

#### 5. Faktor Absorpsi

Apabila seberkas sinar-X menumbuk suatu sampel kristal akan terjadi absorpsi yang mana tidak tergantung besarnya sudut  $\theta$ , karena antara berkas sinar datang dan berkas sinar difraksi besarnya sama.

Faktor absorpsi dituliskan sebagai berikut :

$$I = \frac{I_0 ab}{2\mu} \quad (2.19)$$

Di mana  $I$  adalah intensitas berkas sinar-X terdifraksi,  $I_0$  adalah intensitas berkas sinar-X datang,  $a$  adalah faktor volume sampel,  $b$  adalah fraksi berkas sinar-X datang yang didifraksi satu unit volume tersebut dan  $m$  adalah koefisien absorpsi linear dari sampel.

#### 6. Faktor Suhu

Dengan bertambahnya suhu maka amplitudo getaran atom-atom semakin besar dan intensitas sinar-X yang terdifraksi akan berkurang, gejala ini disebut faktor suhu ( $e^{-2M}$ ). Harga  $M$  merupakan fungsi dari beberapa variabel, termasuk rata-rata perpindahan atom dari posisi semula/amplitudo  $U$  getaran dan sudut hambur  $2\theta$ .

$$M = 2p^2 \left( \frac{\bar{U}^2}{d^2} \right) = 8p^2 U^2 \left( \frac{\sin \theta}{\lambda} \right)^2 \quad (2.20)$$

$$M = B \left( \frac{\sin \theta}{\lambda} \right) \quad (2.21)$$

Di mana  $d = \frac{\lambda}{2 \sin \theta}$

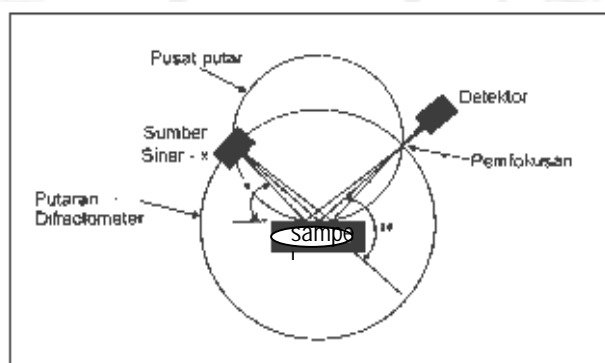
Dari enam faktor yang mempengaruhi intensitas relatif dari pola difraksi di atas, sehingga intensitas sinar-X yang terdifraksi untuk metode difraksi bubuk dengan defraktometer ditulis sebagai berikut :

$$I = |F^2| P \left( \frac{1 + \cos^2 2\theta}{\sin^2 \theta \cos \theta} \right) e^{-2M} \quad (2.22)$$

Faktor absorpsi tidak tergantung pada  $\theta$  maka bisa diabaikan. Faktor suhu akan diabaikan jika eksperimen dilakukan pada suhu kamar karena pengaruhnya sangat kecil (Cullity dan Stock, 2001; Suryanarayana dan Norton, 1998).

### 2.11. Metode Difraksi Bubuk

Dalam metode ini menggunakan serbuk halus polikristal yang diradiasi dengan sinar-X. Adanya gerakan acak butiran kristal terdifraksi memungkinkan bidang kristal akan terorientasi tepat terkena sinar-X atau tepat memenuhi syarat difraksi dari hukum Bragg (Callister, 1994).



**Gambar 2.13. Prinsip kerja difraktometer (Suryanarayana dan Norton, 1998)**

Tiga komponen dasar dari difraktometer sinar-X adalah *X-Ray source* (sumber sinar-X), *Specimen* (sampel) dan *X-Ray Detector* (detektor sinar-X) dengan set-up percobaan ditunjukkan oleh gambar 2.13. Sumber sinar-X tetap, sedangkan sampel diputar dengan sudut  $\theta$  dan detektor digeser dengan sudut  $2\theta$  terhadap sinar

datang secara bersamaan. Hasil difraksi direkam dengan recorder berupa grafik hubungan antara intensitas difraksi (sumbu y) dan sudut difraksi (sumbu x).

Hukum Bragg untuk orde difraksi tingkat pertama adalah :

$$\lambda = 2d_{hkl} \sin \theta \quad (2.23)$$

Kombinasi dari kedua persamaan (2.12) dan (2.23) tersebut akan menghasilkan persamaan dasar untuk mengitung parameter kisi kristal ( $a_1, a_2, a_3$ ) secara analitis dengan perolehan data  $\theta$  dari pengukuran, yaitu sebagai berikut :

$$\sin^2 \theta = \frac{\lambda^2}{4 \sin^2 \beta} \left( \frac{h^2}{a_1^2} + \frac{k^2 \sin^2 \beta}{a_2^2} + \frac{l^2}{a_3^2} - \frac{2hl \cos \beta}{a_1 a_3} \right) \quad (2.24)$$

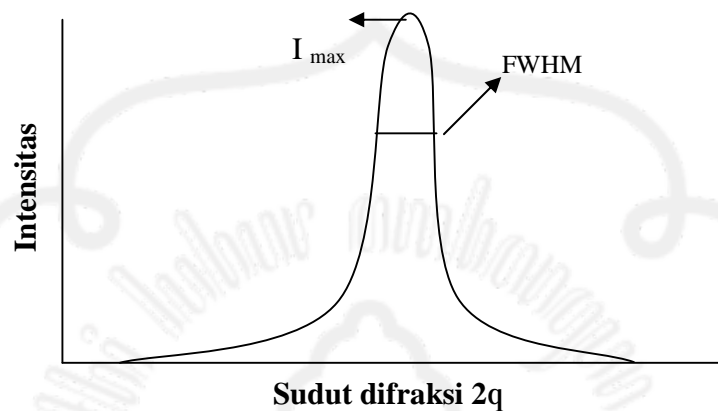
$$\sin^2 \theta = \frac{\lambda^2}{4} \left[ \frac{1}{\sin^2 \beta} \left( \frac{h^2}{a_1^2} + \frac{k^2 \sin^2 \beta}{a_2^2} + \frac{l^2}{a_3^2} - \frac{2hl \cos \beta}{a_1 a_3} \right) \right] \quad (2.25)$$

Persamaan (2.25) menunjukkan bahwa harga  $\sin^2 \theta$  setiap puncak pada pola difraksi ditentukan oleh parameter kisi  $a_1, a_2, a_3$  dan  $\beta$  dari sel satuan kristal serta indeks Millers (hkl) dari bidang yang mendifraksi. Dengan kata lain arah difraksi ditentukan oleh bentuk sel satuan atau sistem kristal dan ukuran sel satuan atau parameter kisi kristal (Cullity dan Stock, 2001).

Ukuran butir kristal masing-masing pemanasan sampel dapat dihitung untuk perbandingan. Dengan persamaan Scherrer dapat ditentukan ukuran butir kristalnya (Cullity dan Stock, 2001).

$$t = \frac{\lambda}{B \cos \theta} \quad (2.26)$$

Di mana  $t$  adalah ukuran butir kristal sampel,  $\lambda$  adalah panjang gelombang sinar-X yang digunakan,  $B$  adalah intensitas untuk FWHM (*Full-Width at Half Maximum*) dengan satuan radian dan  $\theta$  adalah sudut Bragg (Cullity dan Stock, 2001).



**Gambar 2.14. Puncak Gaussian pola difraksi**

Berdasarkan gambar 2.14. bahwa bentuk puncak pola difraksi adalah *Gaussian* (fungsi sebaran gauss) yang secara kualitatif mencerminkan besar ukuran butir kristal.

## BAB III

### METODOLOGI PENELITIAN

#### 3.1. Tempat dan Waktu Penelitian

Penelitian ini dilakukan di dua tempat, sedangkan waktu pelaksanaannya berlangsung bulan September 2004 - November 2005. Untuk memanaskan *powder naringenin* dengan menggunakan *oven furnace type 48000*, dilakukan di Laboratorium Kimia Laboratorium MIPA Pusat Universitas Sebelas Maret. Sedangkan uji karakterisasi kristal *naringenin* dengan menggunakan *X-ray diffractometer Shimadzu 6000* dilakukan di Laboratorium Fisika Laboratorium MIPA Pusat Universitas Sebelas Maret.

#### 3.2. Alat dan Bahan

Alat yang digunakan Dalam Penelitian :

- A. *Oven Furnace type 48000* yang terdiri atas tiga komponen penting, yaitu :
  - 1) *Avanted heating chamber*.
  - 2) *A temperature controller*.
  - 3) *A door interlock relay for operator safety*.
- B. Satu set alat *X-ray diffractometer Shimadzu 6000* dengan sumber  $\text{CuK}\alpha$ , yang terdiri atas empat komponen penting, yaitu :
  - 1) *X-Ray Diffractometer*.

- 2) Mesin Pendingin.
- 3) *Regulator* (penstabil tegangan).
- 4) Komputer (tampilan hasil dan analisa).

Ditambah komponen pelengkap yaitu *holder*

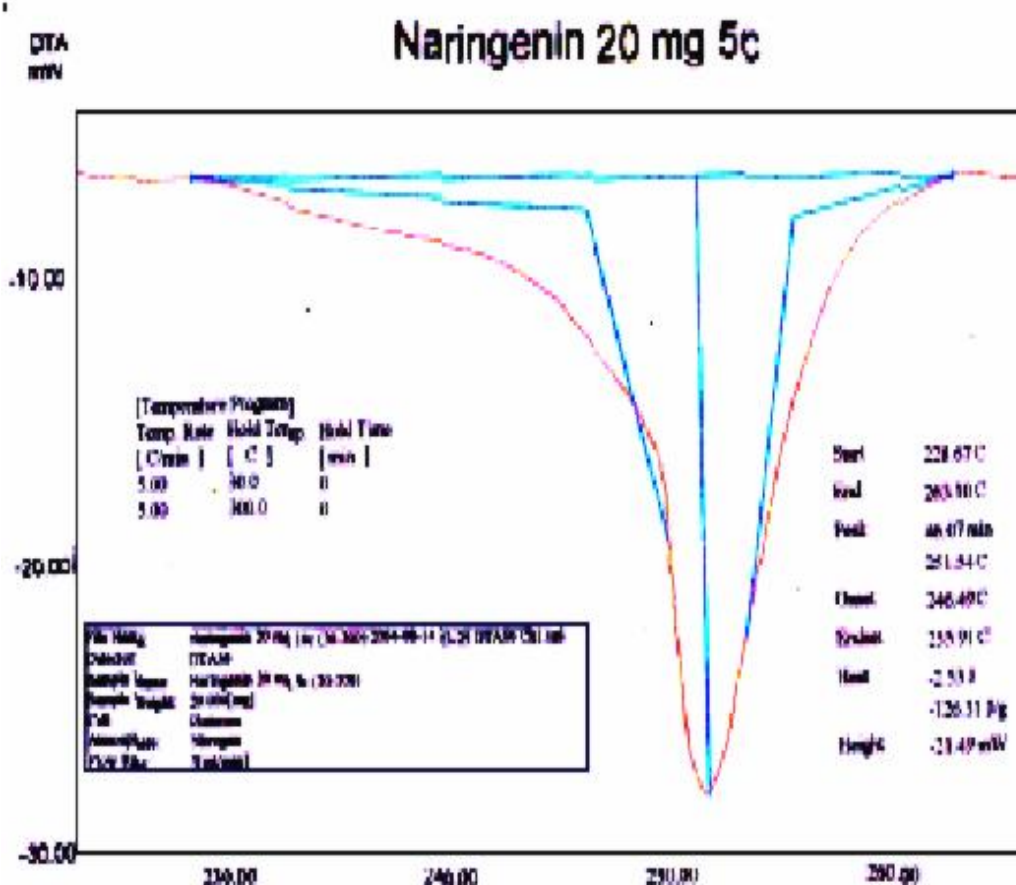
- C. Cawan Porselin.
- D. Penjepit.
- E. Alkohol atau  $H_2SO_4$
- F. Alumunium Foil.
- G. Tisu

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah serbuk *naringenin fresh*

### 3.3. Metode Penelitian

Dalam penelitian ini menggunakan metode eksperimen. Dari data hasil penelitian yang telah dilakukan oleh Affandi.F.K. (2005) tentang transformasi fase *naringenin* dengan menggunakan *Differential Thermal Analyzer* (DTA), selanjutnya serbuk (*powder*) *naringenin* dipanaskan sampai temperatur *onset* dan sampai temperatur lebur (*melting point*). Untuk memanaskan *powder naringenin* dengan menggunakan *oven furnace type 48000*. Selanjutnya pengujian struktur kristal *naringenin* sebelum dipanaskan (*fresh*), *naringenin* yang telah mengalami pemanasan sampai temperatur *onset* dan *naringenin* yang telah mengalami

pemanasan sampai temperatur *melting point* menggunakan *X-Ray diffractometer shimadzu 6000* dengan sumber *CuK $\alpha$* .

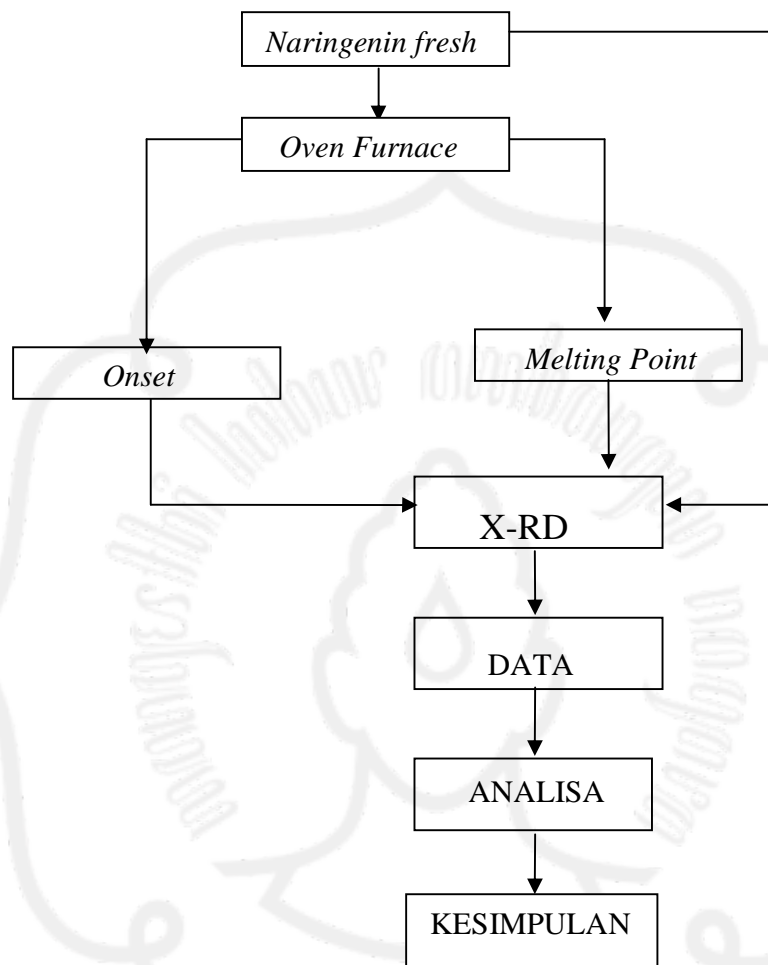


Gambar 3.1. Spektra *naringenin* massa 20 mg dan laju pemanasan 5°C (Affandi, 2005)

Dari gambar 3.1. bahwa temperatur *onset* 246.49°C dihasilkan dari perpotongan garis linear dengan kurva yang turun linear, sedangkan temperatur *melting point* 251.54°C dihasilkan dari temperatur titik tertinggi dari kurva. Temperatur *endset* merupakan hasil perpotongan garis linear dengan kurva yang naik linear, yaitu sebesar 255.91°C.



Gambaran umum langkah-langkah penelitian



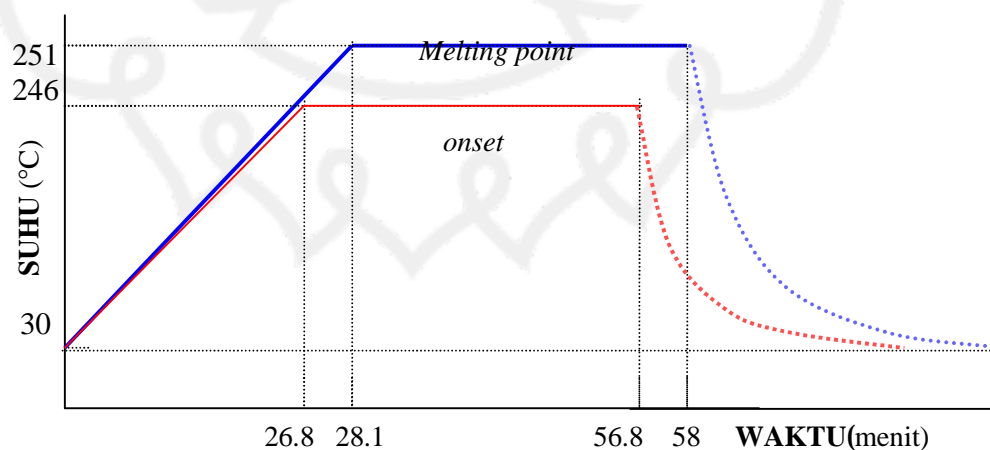
Gambar 3.2. Langkah-langkah dalam penelitian

### 3.3.1. Pemanasan

Untuk memanaskan *powder naringenin* menggunakan *oven furnace*. *Powder naringenin* dibagi menjadi tiga, yang dua bagian masing-masing dipanaskan sampai temperatur *onset* dan sampai temperatur *melting point*.

Adapun langkah-langkah dalam proses pemanasan sebagai berikut :

1. Membungkus *powder naringenin* dengan aluminium foil yang telah dibersihkan dahulu dengan tisu, agar kemungkinan terkontaminasi bisa dihindari.
2. Menempatkan bungkus *powder* ke dalam cawan porselin, kemudian dimasukan ke *heating chamber*.
3. Menghidupkan mesin dan mulai menghitung waktunya.
4. Mengatur skala temperatur (*set point*) pada suhu  $246^{\circ}\text{C}$  dengan *up botton*.
5. Menunggu *furnace chamber* temperatur naik sampai suhu  $246^{\circ}\text{C}$ .
6. Memberikan toleransi waktu pemanasan selama 30 menit sebelum off.
7. Mengeluarkan *powder* hasil pemanasan, kemudian didinginkan.
8. Mengganti sampel dan mengulangi langkah-langkah dari nomor satu sampai nomor tujuh, tetapi suhu pemanasan sampai temperatur  $251^{\circ}\text{C}$  (*melting point*).



Gambar.3.3. Proses pemanasan *naringenin*

### 3.3.2. Pengujian Struktur Kristal dengan X-RD

Hasil pemanasan *powder naringenin* dengan *oven furnace* diteliti lebih lanjut untuk uji struktur kristalnya. Uji karakterisasi kristal *naringenin* menggunakan seperangkat alat difraktometer *X-Ray diffractometer Shimadzu 6000*.

Adapun langkah-langkah pengujian karakteristik dengan X-RD sebagai berikut :

1. Membersihkan holder dengan tisu untuk menjaga kontaminasi dengan zat lain yang menempel.
2. Menempatkan dan meratakan *powder naringenin* pada holder dengan press kaca.
3. Memasukkan holder tersebut ke dalam mesin X-RD.
4. Mengoperasikan X-RD seperti dalam prosedur :
  - 1) Menghidupkan *regulator*.
  - 2) Menghidupkan pendingin.
  - 3) Menghidupkan mesin.
  - 4) Menghidupkan komputer.
5. Menentukan struktur kristal dan parameter kisi secara analitik dengan menggunakan dasar persamaan (2.25) yang telah dibuat programnya dengan bahasa pemrograman matlab oleh Setyo Prihandono (2005). Untuk menentukan besarnya ukuran butir kristal menggunakan persamaan (2.26).

### 3.4. Teknik Analisa Data

Analisa data penelitian ini membandingkan hasil data pola difraksi *naringenin* sebelum dipanaskan (*fresh*) dengan data standar di JCPDS-ICDD yang terdapat dalam *software* difraktometer sinar-X. Analisa selanjutnya lebih difokuskan pada pola difraksi ketiga sampel, yaitu: *naringenin* sebelum dipanaskan (*fresh*), *naringenin* yang telah mengalami pemanasan sampai temperatur *onset* dan *naringenin* yang telah mengalami pemanasan sampai temperatur *melting point*.

Adanya efek temperatur pada sampel *naringenin* memungkinkan terjadinya perubahan ukuran butir kristal. Untuk menghitung besarnya nilai ukuran butir kristal sampel *naringenin* dengan menggunakan persamaan (2.26).

## BAB IV

### HASIL DAN PEMBAHASAN

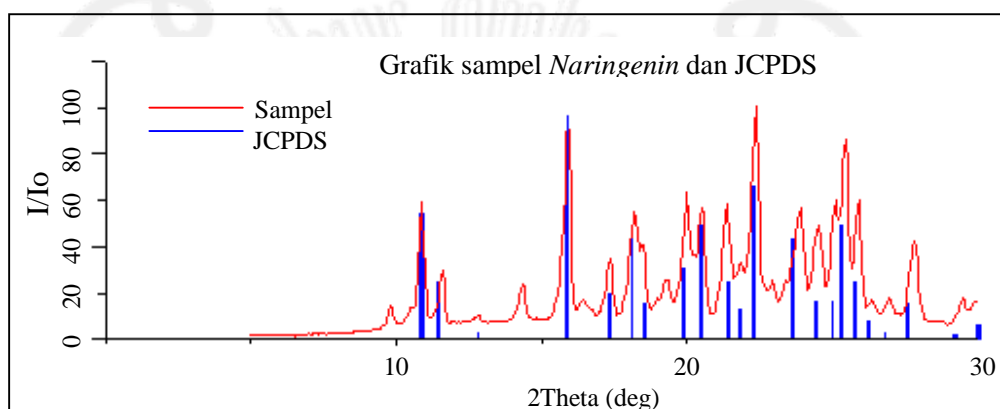
Mengacu data hasil penelitian Affandi (2005) tentang “*Study Transformasi Fase Naringenin Terhadap Pemanasan dengan Menggunakan Metode DTA*”, maka dalam penelitian ini pemanasan *naringenin* menggunakan massa besar (20 mg). Massa sampel semakin besar tidak mempengaruhi besarnya temperatur puncak, tetapi dengan massa besar tingkat kemurnian bahan tinggi (Affandi, 2005). Hal ini disebabkan adanya kontamina-kontamina yang bercampur baik dari wadah sampel maupun faktor lainnya akan mengurangi tingkat kemurnian bahan. Menurut Stephen A.Nelson (1997), bahwa semakin besar tingkat ketidakmurnian suatu zat maka temperatur lebur zat tersebut semakin rendah.

Dalam memanaskan sampel *naringenin* pada penelitian ini mengacu data hasil penelitian Affandi yang tertera dalam lampiran. Di mana besarnya temperatur *onset* rata-rata *naringenin* ( $246.4 \pm 0.7$ )°C dan temperatur *melting point* rata-ratanya ( $251.6 \pm 0.9$ )°C.

Pada pemanasan *naringenin* sampai temperatur *onset* warna sampel berubah menjadi krem, sedangkan pemanasan sampel *naringenin* sampai temperatur *melting point* warnanya menjadi coklat muda kemerahan. Perubahan warna ini besar kemungkinan bahwa pemanasan mengakibatkan terjadinya reaksi yang mana menyebabkan terlepasnya ikatan dalam senyawa menjadi senyawa baru.

#### 4.1. Struktur Kristal Naringenin.

Untuk mengetahui struktur kristal sampel *naringenin* dianalisa dengan menggunakan metode difraksi sinar-X. Sistem kristal dapat ditunjukkan oleh puncak-puncak pola difraksi yang letaknya tertentu pada posisi  $2\theta$ . Bentuk kristal dan parameter kisi dapat ditentukan dari sudut difraksi ( $\theta$ ), sedangkan posisi atom dalam kristal ditentukan oleh intensitasnya.



**Gambar 4.1. Pola Difraksi Sinar-X sampel *Naringenin fresh* dan JCPDS**

Gambar 4.1. mengacu data 41-1681 (*case number*) yang tercantum dalam JCPDS, bahwa *naringenin* mempunyai sistem kristal monoklinik dengan parameter kisi  $a_1 = 4.955 \text{ \AA}$ ,  $a_2 = 15.39 \text{ \AA}$ ,  $a_3 = 16.86 \text{ \AA}$  serta nilai  $\beta = 103.6^\circ$  (JCPDS-ICDD, 1990). Sedangkan dari hasil pengolahan data dalam lampiran bahwa *naringenin fresh* mempunyai parameter kisi  $a_1 = 15.406 \text{ \AA}$ ,  $a_2 = 5.590 \text{ \AA}$ ,  $a_3 = 17.721 \text{ \AA}$  dan  $\beta = 103.6^\circ$ . Hal ini dapat memberikan informasi bahwa *naringenin fresh* dalam penelitian

bersesuaian dengan data JCPDS, yaitu keduanya mempunyai sistem kristal monoklinik.

Perbedaan intensitas atau pola difraksi pada gambar 4.1., yaitu adanya kelebihan puncak pada pola difraksi sampel (puncak-puncak yang tidak terdapat dalam data JCPDS) tersebut merupakan puncak dari pengotor (impurity). Bisa juga dimungkinkan adanya *preferred orientation*, yang mana butiran-butiran sampel tidak bisa berorientasi acak lagi. Dengan tidak berorientasi acak tersebut akan menyebabkan perubahan intensitas relatif dari refleksi, sehingga beberapa pola difraksi mungkin tidak muncul. *Preferred orientation* bisa terjadi karena sampel saat pengepresan sebelum diuji dengan sinar-X ditekan terlalu keras. Sampel yang terlalu datar atau keras dapat menyebabkan munculnya bidang pendifraksi baru atau tidak munculnya beberapa bidang pendifraksi (Cullity dan Stock, 2001). Di samping itu kasar permukaan juga mempengaruhi intensitas berkas difraksi. Permukaan yang kasar cenderung mengakibatkan koefisien absorpsi tinggi, sehingga intensitasnya berubah karena tiap bagian dari permukaan mengabsorpsi berkas difraksi (Cullity dan Stock, 2001).

Struktur kristal dan parameter kisi sampel *naringenin* secara analitis bisa ditentukan dengan menggunakan dasar persamaan (2.25). Pola difraksi sinar-X suatu sampel kristal dapat dianalisa secara analitis, sehingga struktur kristal dan parameter kisi  $a_1, a_2$  dan  $a_3$  dapat dihitung secara numerik menggunakan bahasa pemrograman Matlab (Setyo Prihandono, 2005). Dari hasil pengoperasian program tersebut

diperoleh nilai parameter kisi *naringenin fresh*, *naringenin* temperatur *onset* dan *naringenin* temperatur *melting point* dalam penelitian seperti tertera pada tabel 4.1. berikut :

Data	Parameter kisi $a_1$ ( $\text{Å}$ )	Parameter Kisi $a_2$ ( $\text{Å}$ )	Parameter Kisi $a_3$ ( $\text{Å}$ )
JCPDS	4.955	15.39	16.86
Sebelum dipanaskan ( <i>fresh</i> )	15.406	5.590	17.721
Dipanaskan sampai temperatur <i>Onset</i>	15.406	8.973	17.721
Dipanaskan sampai temperatur <i>Melting point</i>	15.406	6.536	17.721

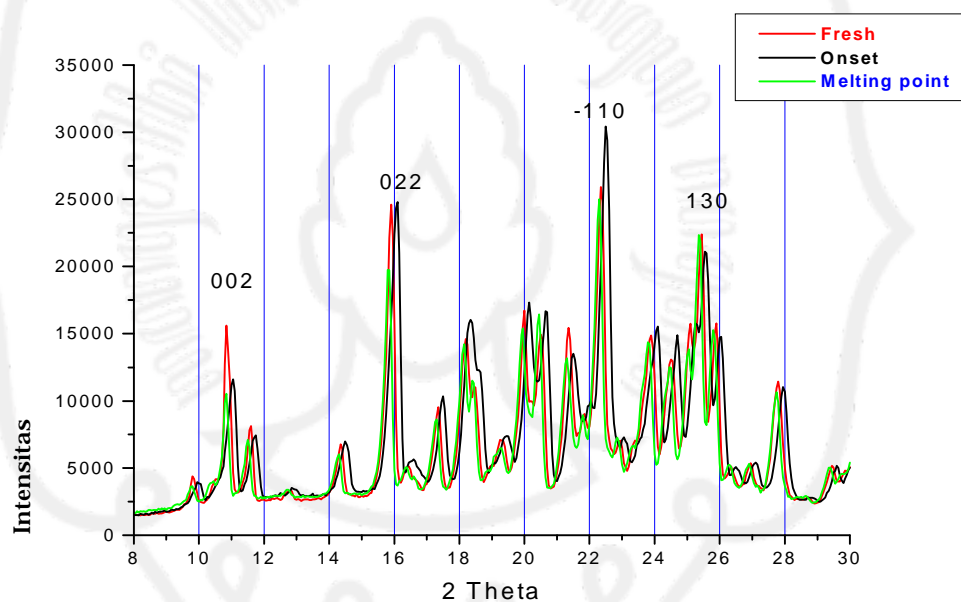
**Tabel 4.1. Parameter kisi *naringenin***

Dari tabel 4.1. bahwa besarnya parameter kisi  $a_1$  dan  $a_3$  dari *naringenin* ketiga sampel nilainya tetap, sedangkan parameter kisi  $a_2$  terjadi perubahan. Hal ini kemungkinan dengan adanya pemanasan yang terjadi pada *naringenin* mengakibatkan pertumbuhan kristal, tetapi pertumbuhan itu hanya terjadi pada sisi sumbu  $\hat{y}$ . Dengan berubahnya spektrum/bergesernya sudut difraksi ( $2\theta$ ) pola difraksi sampel bisa mengakibatkan perubahan nilai parameter kisi  $a_2$  dalam pengolahan data. Bentuk kristal ini dikatakan tidak stabil atau sering dijumpai dalam keadaan metastabil yang berenergi rendah. Sistem monoklinik tersebut berbeda parameter kisinya dalam keadaan padat, tetapi dalam keadaan cair atau gas tetap identik.



Parameter kisi  $a_1$  data JCPDS nilainya hampir sama dengan parameter kisi  $a_2$  data sampel, sebaliknya nilai parameter kisi  $a_2$  data JCPDS besarnya hampir sama dengan nilai parameter kisi  $a_1$  data sampel. Keterbalikan itu kemungkinan besar hanya karena faktor posisi, di mana sebetulnya bentuk dan ukuran kristal identik tetapi fisik kristal saat tertembak berkas sinar-X terjadi pada sisi yang berbeda.

Hasil analisa X-RD *naringenin fresh*, *naringenin* temperatur *onset* dan *naringenin* temperatur *melting point* seperti diperlihatkan pada gambar 4.2. berikut :



**Gambar 4.2. Pola difraksi *naringenin fresh*, *naringenin* temperatur *onset* dan *naringenin* temperatur *melting point***

Dari gambar 4.2. terlihat bahwa besarnya intensitas difraksi dari ketiga sampel berubahannya sangat kecil atau jumlah sudut difraksi ( $2\theta$ ) yang muncul sama, dengan keteraturan puncak intensitas pada bidang hkl (002), (022), (-110) dan (130). Hal ini menunjukkan bahwa ketiga sampel memiliki sistem struktur kristal sama, dengan

keteraturan posisi atom kristal pada bidang kristalnya (hkl). Sedangkan perubahan besar intensitas kemungkinan disebabkan adanya perubahan jumlah atom kristal yang mempunyai arah bidang kristal tersebut.

Berdasarkan gambar 4.1. (data JCPDS-ICDD), gambar 4.2. dan tabel 4.1. dapat disimpulkan bahwa *naringenin* sebelum dipanaskan (*fresh*), *naringenin* yang telah dipanaskan sampai temperatur *onset* dan *naringenin* yang telah dipanaskan sampai temperatur *melting point* mempunyai sistem kristal monoklinik.

Selanjutnya pembahasan difokuskan pada puncak-puncak dominan pola difraksi sinar-X dari sampel *naringenin*. Posisi atom dalam kristal ditentukan oleh puncak intensitasnya dan berkaitan erat dengan kesempurnaan kristal yang terbentuk.

Sampel	2 $\theta$ (deg)	D(Å)	I (I/s)	hkl
Sebelum dipanaskan ( <i>Fresh</i> )	22.230	3.983	13015	$\bar{1}13$
	25.400	3.504	11631	130
	15.855	5.585	10945	022
Dipanaskan sampai temperatur <i>Onset</i>	22.464	3.955	13899	$\bar{1}13$
	25.550	3.484	11150	130
	16.011	5.532	12915	022
Dipanaskan sampai temperatur <i>Melting point</i>	22.294	3.993	11258	$\bar{1}13$
	25.320	3.515	11044	130
	15.774	5.613	9166	022

**Tabel 4.2. Sudut 2 $\theta$  terhadap intensitas sinar-X dan konstanta kisi akibat pemanasan**

Dari tabel 4.2. dapat diketahui bahwa dengan pemanasan sampel *naringenin* akan berpengaruh pada intensitas sinar-X. Pada pemanasan sampel *naringenin*

temperatur *onset* terjadi kenaikan intensitas puncak sudut ( $22^\circ$ ) dan sudut ( $16^\circ$ ) serta penurunan intensitas puncak sudut ( $25^\circ$ ) tanpa disertai perubahan indeks Millers. Peningkatan intensitas ini kemungkinan pada *naringenin* temperatur *onset* susunan atomnya lebih teratur dibandingkan sampel *fresh*. Efek temperatur mengakibatkan perbaikan struktur kristal sampel, karena atom-atom akan bergetar dan berdifusi mengurangi kekosongan (cacat kristal) serta terjadi penyusunan kembali dislokasi pada sampel. Dengan susunan atom yang teratur tersebut mengakibatkan sinar hambur atom oleh sinar-X yang jatuh pada bidang Bragg semakin banyak yang sejajar/sefase, sehingga interferensinya makin kuat.

Pada pemanasan *naringenin* temperatur *melting point* terjadi penurunan intensitas di ketiga puncaknya tanpa diikuti perubahan indeks Millers. Penurunan intensitas ini mungkin disebabkan adanya butiran kristal baru yang terbentuk belum sempurna atau dalam keadaan belum stabil waktu rekristalisasi, maka saat efek temperatur datang mengakibatkan atom bergetar dan intensitas refleksinya menjadi turun.

Berdasarkan gambar 4.2. terlihat bahwa puncak refleksi dominan dari *naringenin fresh*, *naringenin* temperatur *onset* dan *naringenin* temperatur *melting point* terjadi pada sudut puncak  $22^\circ$ ,  $25^\circ$  dan  $16^\circ$ . Di sini puncak yang paling dominan adalah sudut puncak  $2\theta = 22^\circ$ , jadi arah pertumbuhan kristal terbanyak pada arah  $22^\circ$ .

Berdasarkan gambar 4.2. juga dapat diketahui bahwa anil menyebabkan perubahan intensitas puncak-puncak refleksi. Pada *naringenin fresh* intensitas puncak 25° lebih besar dibanding intensitas puncak 16°. Ketika *naringenin* dipanaskan sampai temperatur *onset* puncak 16° intensitasnya naik, sebaliknya puncak 25° mengalami penurunan. Pada temperatur *melting point* kembali intensitas puncak 25° lebih besar dari intensitas puncak 16°.

#### 4.2. Ukuran Butir Kristal

Ukuran butir kristal dihitung dengan menggunakan persamaan (2.26) pada Bab II berdasarkan besarnya FWHM (*Full-Width at Half Maximum*) puncak-puncak dominan yang diperoleh dari hasil pengujian X-RD, yang mana puncak-puncak intensitas pola difraksi tersebut merupakan fenomena dari puncak Gaussian. Berdasarkan perhitungan fungsi Gaussian dari puncak dominan pola difraksi dalam lampiran, sehingga hasil estimasi ukuran butir kristal dapat diperlihatkan dalam tabel 4.3. berikut :

PUNCAK( $\theta$ )	<i>Fresh</i> (30°C)	Dipanaskan sampai suhu <i>onset</i> (246°C)	Dipanaskan Sampai suhu <i>melting point</i> (251°C)
16	353.82	308.58	399.83
22	353.00	300.11	398.26
25	342.89	298.85	385.17

**Tabel 4.3. Ukuran butir Kristal *Naringenin***

Dari tabel 4.3. terlihat bahwa pada pemanasan temperatur *onset* ukuran butir kristal mengecil, sedangkan untuk pemanasan temperatur *melting point* mengalami kenaikan masing-masing puncak Gaussian. Dengan adanya perlakuan anil menyebabkan ukuran butir kristal bertambah, hal ini sesuai dengan penelitian sebelumnya dalam kasus yang sama di mana pemanasan pada bahan/kristal akan menghasilkan hubungan jari-jari kristal yang meningkat dengan kenaikan temperatur (Khairuddin, 2004).

Ketika sampel dipanaskan sampai pada suhu 251°C seharusnya tidak bisa terbentuk kristal, karena secara teori kristal tidak akan terbentuk pada temperatur *melting point* karena energi bebas Gibbsnya nol. Jika dapat terbentuk kristal baru dalam proses ini, kemungkinan besar titik lebur sesungguhnya sampel *naringenin* dalam penelitian ini di atas 251°C.

Jika benar temperatur *melting point* terjadi pada suhu 251°C, kemungkinan lain dalam sampel banyak impurity yang berpeluang menjadi katalis dan mengakibatkan turunnya energi bebas perintang  $\Delta G^*$  dalam pengintian. Dengan turunnya energi bebas perintang tersebut akan mempermudah kristal-kristal baru terbentuk pada derajat pendinginan lebih rendah. Jika dugaan ini benar bisa dikatakan proses ini adalah pengintian heterogen. Katalis berperan sebagai benih kristal dari padatan dan menyebabkan turunnya energi bebas perintang (Jones, 2001). Dalam kenyataan setiap bahan kristal banyak terdapat katalis seperti debu atau kotoran lain dari wadah yang mengakibatkan turunnya energi bebas perintang.

Ukuran butir kristal dipengaruhi faktor temperatur, energi bebas perintang dan katalis. Dengan temperatur lebih besar akan memperkecil peluang kristal terbentuk karena energi bebas perintangnya besar, tetapi jika terbentuk kristal akan terbentuk sebuah kristal baru dengan jari-jari lebih besar.









## BAB V

### KESIMPULAN DAN SARAN

#### 5.1. Kesimpulan

Dari hasil penelitian yang telah dilakukan, maka dapat disimpulkan sebagai berikut :

1. Struktur kristal dari *naringenin* sebelum dipanaskan (*fresh*), *naringenin* yang telah mengalami pemanasan sampai temperatur *onset* (246°C) dan *naringenin* yang telah mengalami pemanasan sampai temperatur *melting point* (251°C) memiliki sistem struktur kristal monoklinik sederhana dengan parameter kisi adalah sebagai berikut :

Data	Parameter kisi $a_1$ (Å)	Parameter Kisi $a_2$ (Å)	Parameter Kisi $a_3$ (Å)
Sebelum dipanaskan ( <i>fresh</i> )	15.406	5.590	17.721
Dipanaskan sampai temperatur <i>Onset</i> (246°C)	15.406	8.973	17.721
Dipanaskan sampai temperatur <i>Melting point</i> (251°C)	15.406	6.536	17.721

Bersesuaian dengan data standart JCPDS-ICDD, yaitu sistem kristal monoklinik dengan parameter kisi  $a_1 = 4.955 \text{ \AA}$ ,  $a_2 = 15.39 \text{ \AA}$ ,  $a_3 = 16.86 \text{ \AA}$  serta nilai  $\beta = 103.6^\circ$  (JCPDS-ICDD, 1990).

2. Efek temperatur yang terjadi pada kristal *naringenin* menyebabkan perubahan warna dan parameter kisi kristal tetapi tidak merubah sistem struktur kristalnya.
3. Semakin besar temperatur yang digunakan saat pemanasan, maka semakin besar pula ukuran butir kristal yang dihasilkan.

## 5.2. Saran

Pada tugas akhir ini telah dilakukan penelitian mengenai pengaruh temperatur terhadap struktur kristal dari *naringenin*. Untuk itu penulis berharap agar tugas akhir ini dapat dikembangkan lebih lanjut khususnya dalam bidang *biomedical* tentang oksidasi *naringenin* terhadap kanker agar dapat diperoleh data yang lebih lengkap dan akurat.

**DAFTAR PUSTAKA**

- Affandi, F.K., 2005: *Study Transformasi Fase Naringenin Terhadap Pemanasan dengan Menggunakan Metode Differential Thermal Analyzer (DTA)*, Tugas Akhir S\_1, UNS, Surakarta.
- Anonim: Naringenin,  
<http://www.chemicaland21.com/arokorhi/lifescience/phar/NARINGENIN.html>.
- Anonim, 2003 : *Thermoanalytical Instrumens Differential Thermal Analysis*,  
<http://www.ortonceramic.com/Instruments/dta.html>.
- Buhler, D.R., Miranda C., 2003: *Antioxidant Activities of Flavonoids*,  
<http://ipi.oregonstate.edu/f-w00/flavonoid.html>.
- Callister, W.D., Jr., 1994: *Materials Science and Engineering an Introduction 3<sup>rd</sup> Ed*, Inc., John Willey & Sons, USA.
- Cullity, B.D., Stock, S.R., 2001: *Element of X-Ray Diffraction 3<sup>th</sup> Ed*, Prentice Hall, New Jersey, USA.
- Dood, J.W., Tonge, K.H., 1987: *Thermal Methods*; Analytical Chemistry by Open Learning, Jhon Willey and Sons, London.
- Hardja Soemantri, K., 1991: *Hukum Tata Lingkungan*, Yogyakarta, Gadjah Mada University Press.

- Harmon, A.W., Patel, Y.M., 2004: *Naringenin Inhibits Glucose up Take in MCF-7 Breast Cancers a Mechanism for Impaired Cellular Proliferation*,  
<http://www.annieappleseedproject.org/nargrapflavi.html>.
- Heo, H.J., Choi, S.J., H.K., Shin, D.H., 2004: *Effect of Antioxidant Flavanone, Naringenin, From Citrus Junos on Neuroprotection*,  
<http://ift.confex.com/ift/2004/techprogram/paper22641>.
- Jones, R.A.L., 2002: *The Physics of Soft Condensed Matter*, Oxford University Press, Oxford, Ik.
- Khairuddin, 2004: *Analysis of Thermodynamics Driving Force Factors on Thickness Dependence on Crystallization Kinetics in Very Thin Poly(ethylene terephthalate)PET Film*, Annual Physics Seminar 2004, ITB, Bandung.
- Moegihardjo, 1983: *Permasalahan Dalam bahan Baku Obat dan Metode Penentuan*, Proseding, Konggres Nasional XI, Konggres Ilmiah IV ISFI, Jakarta.
- Mulyatno, Tjipto Yuwono, B. Suprptomomo S, Muliawati G. Siswanto, Setyo Purwanto, 1992: *Seri Fisika Perguruan Tinggi Panas dan Termodinamika*, Edisi I, Intan Pariwara, Klaten.
- Nelson, S.A., 1997: *Two Component Phase Diagrams*,  
[http://www.tulane.edu/~sanelson/geol\\_212/2\\_Compphasdiag.html](http://www.tulane.edu/~sanelson/geol_212/2_Compphasdiag.html).
- Nogrady, T., 1992: *Kimia Medisinal Pendekatan Secara Biokimia*, Terbitan Kedua, Diterjemahkan Oleh Raslim Rasyid dan Amin Musadad.

- Setyo, P., 2005: *Penentuan Struktur Kristal dan Parameter Kisi a, b, dan c Kristal Monoklinik, Orthorombik, Tetragonal dan Kubus Secara Analitik dengan Menggunakan Bahasa Pemrograman Matlab*, Tugas Akhir S\_1, UNS, Surakarta.
- Smallman, R.V., 1991: *Metalurgi Fisik Modern*, Edisi ke empat, Gramedia Jakarta.
- Smith, W.F., 1993: *Foundation of Materials Science and Engineering*, 2<sup>nd</sup> Ed, Inc., MC-Graw Hill, USA.
- So, F.V., et., 1996: *Flavonoids and Citrus Juices can Inhibits Human Breast Cancer Cell Proliferation and Delay Mammary Tumorigenesis*,  
[http://www.umi-marburg.de/herzzentrum/ismnt/cancerpreventatin/flavonoids and citrusjuices.html](http://www.umi-marburg.de/herzzentrum/ismnt/cancerpreventatin/flavonoids_and_citrusjuices.html).
- Sudirman, R., 1994: *Fisika Zat Padat Pendahuluan*, Yogyakarta, UGM Press.
- Suryanarayana, C., Norton, M.G., 1998: *X-Ray Diffraction*, Plenum Press, New York.
- Van Vlack, L.H., 1994: *Ilmu Teknologi dan Bahan*, Erlangga, Jakarta.

## LAMPIRAN I

## Pembuktian orthogonal atau kondisi normal

$$1. \mathbf{r}_1 \cdot \mathbf{r}_1 = a_1 \cdot \frac{2p}{\Omega} (\hat{a}_2 x \hat{a}_3)$$

$$\mathbf{r}_1 \cdot \mathbf{r}_1 = a_1 \hat{x} \cdot \frac{2p(a_2 \hat{y} x a_3 \hat{z})}{a_1 \hat{x} \cdot (a_2 \hat{y} x a_3 \hat{z})}$$

$$\mathbf{r}_1 \cdot \mathbf{r}_1 = 2p \frac{a_1 \hat{x} \cdot a_2 a_3 \hat{x}}{a_1 \hat{x} \cdot a_2 a_3 \hat{x}}$$

$$\mathbf{r}_1 \cdot \mathbf{r}_1 = 2p$$

$$2. \mathbf{r}_2 \cdot \mathbf{r}_2 = a_2 \cdot \frac{2p}{\Omega} (\hat{a}_3 x \hat{a}_1)$$

$$\mathbf{r}_2 \cdot \mathbf{r}_2 = a_2 \hat{y} \cdot \frac{2p(a_3 \hat{z} x a_1 \hat{x})}{a_1 \hat{x} \cdot (a_2 \hat{y} x a_3 \hat{z})}$$

$$\mathbf{r}_2 \cdot \mathbf{r}_2 = 2p \frac{a_2 \hat{y} \cdot a_3 a_1 \hat{y}}{a_1 \hat{x} \cdot a_2 a_3 \hat{x}}$$

$$\mathbf{r}_2 \cdot \mathbf{r}_2 = 2p$$

$$3. \mathbf{r}_3 \cdot \mathbf{r}_3 = a_3 \cdot \frac{2p}{\Omega} (\hat{a}_1 x \hat{a}_2)$$

$$\mathbf{r}_3 \cdot \mathbf{r}_3 = a_3 \hat{z} \cdot \frac{2p(a_1 \hat{x} x a_2 \hat{y})}{a_1 \hat{x} \cdot (a_2 \hat{y} x a_3 \hat{z})}$$

$$\mathbf{r}_3 \cdot \mathbf{r}_3 = 2p \frac{a_3 \hat{z} \cdot a_1 a_2 \hat{z}}{a_1 \hat{x} \cdot a_2 a_3 \hat{x}}$$

$$\mathbf{r}_3 \cdot \mathbf{r}_3 = 2p$$

$$4. \mathbf{r}_1 \cdot \mathbf{r}_2 = a_1 \cdot \frac{2p}{\Omega} (\hat{a}_3 x \hat{a}_1)$$

$$\mathbf{r}_1 \cdot \mathbf{r}_2 = a_1 \hat{x} \cdot \frac{2p(a_3 \hat{z} x a_1 \hat{x})}{a_1 \hat{x} \cdot (a_2 \hat{y} x a_3 \hat{z})}$$

$$\mathbf{r}_1 \cdot \mathbf{r}_2 = 2p \frac{a_1 \hat{x} \cdot a_3 a_1 \hat{y}}{a_1 \hat{x} \cdot a_2 a_3 \hat{x}}$$

$$\mathbf{r}_1 \cdot \mathbf{r}_2 = 2p \frac{0}{a_1 a_2 a_3}$$

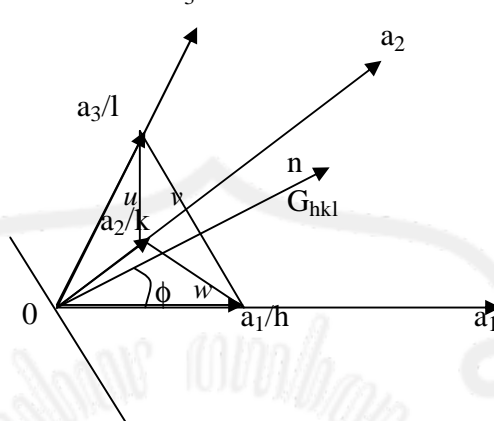
$$5. \mathbf{r}_1 \cdot \mathbf{r}_3 = a_1 \cdot \frac{2p}{\Omega} (\hat{a}_1 x \hat{a}_2)$$

$$\mathbf{r}_1 \cdot \mathbf{r}_3 = a_1 \hat{x} \cdot \frac{2p(a_1 \hat{x} x a_2 \hat{y})}{a_1 \hat{x} \cdot (a_2 \hat{y} x a_3 \hat{z})}$$

$$\mathbf{r}_1 \cdot \mathbf{r}_3 = 2p \frac{a_1 \hat{x} \cdot a_1 a_2 \hat{z}}{a_1 \hat{x} \cdot a_2 a_3 \hat{x}}$$

$$\mathbf{r}_1 \cdot \mathbf{r}_3 = 2p \frac{0}{a_1 a_2 a_3}$$

**Pembuktian hubungan antara vektor translasi  $G_{hkl}$  dengan bidang (hkl) pada kristal**



Gambar 1. Bidang (hkl) yang di bentuk oleh vektor u, v dan w.

Untuk menentukan indeks millers suatu bidang kristal terlebih dulu ditentukan fraksi tripletnya, yaitu jika ada bidang pada sembarang kisi, dan titik potongnya  $a_1, a_2$  dan  $a_3$  adalah x, y dan z yang merupakan kelipatan vektor basis  $\hat{a}_1, \hat{a}_2$  dan  $\hat{a}_3$ , maka

fraksi tripletnya adalah  $\left( \frac{x}{a_1}, \frac{y}{a_2}, \frac{z}{a_3} \right)$  dan jika di inverskan triplet tersebut menjadi

$\left( \frac{a_1}{x}, \frac{a_2}{y}, \frac{a_3}{z} \right)$  kemudian jika dikalikan KPK akan diperoleh indeks millers (hkl).

1. Vektor translasi  $G_{hkl} \perp (hkl)$

Garis dikatakan  $\perp$  bidang dengan syarat minimal tegak lurus dengan dua buah garis yang membentuk bidang tersebut. Sebuah vektor akan saling tegak jika hasil perkalian skalarnya nol.

$$\begin{aligned} \mathbf{u} \cdot \mathbf{G}_{hkl} &= \left( \frac{\mathbf{r}}{a_2} / k - \frac{\mathbf{r}}{a_3} / l \right) \cdot (h\hat{b}_1 + k\hat{b}_2 + l\hat{b}_3) = (a_2\hat{y} / k - a_3\hat{z}) \cdot (hb_1\hat{x} + kb_2\hat{y} + lb_3\hat{z}) \\ &= \frac{\mathbf{r}}{a_2} / k \cdot hb_1 + \frac{\mathbf{r}}{a_2} / k \cdot kb_2 + \frac{\mathbf{r}}{a_2} / k \cdot lb_3 - \frac{\mathbf{r}}{a_3} / l \cdot hb_1 - \frac{\mathbf{r}}{a_3} / l \cdot kb_2 - \frac{\mathbf{r}}{a_3} / l \cdot lb_3 \\ &= 0 + 2p + 0 - 0 - 0 - 2p \\ &= 0 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \mathbf{v} \cdot \mathbf{G}_{hkl} &= \left( \frac{\mathbf{r}}{a_3} / l - \frac{\mathbf{r}}{a_1} / h \right) \cdot (hb_1 \hat{x} + kb_2 \hat{y} + lb_3 \hat{z}) = (a_3 \hat{z} / l - a_1 \hat{x} / h) \cdot (hb_1 \hat{x} + kb_2 \hat{y} + lb_3 \hat{z}) \\ v \cdot \mathbf{G}_{hkl} &= \frac{\mathbf{r}}{a_3} / l \cdot hb_1 + \frac{\mathbf{r}}{a_3} / l \cdot kb_2 + \frac{\mathbf{r}}{a_3} / l \cdot lb_3 - \frac{\mathbf{r}}{a_1} / h \cdot hb_1 - \frac{\mathbf{r}}{a_1} / h \cdot kb_2 - \frac{\mathbf{r}}{a_1} / h \cdot lb_3 \\ v \cdot \mathbf{G}_{hkl} &= 0 + 0 + 2p - 2p - 0 - 0 \\ v \cdot \mathbf{G}_{hkl} &= 0 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \mathbf{w} \cdot \mathbf{G}_{hkl} &= \left( \frac{\mathbf{r}}{a_1} / h - \frac{\mathbf{r}}{a_2} / k \right) \cdot (hb_1 \hat{x} + kb_2 \hat{y} + lb_3 \hat{z}) = (a_1 \hat{x} / h - a_2 \hat{y} / k) \cdot (hb_1 \hat{x} + kb_2 \hat{y} + lb_3 \hat{z}) \\ w \cdot \mathbf{G}_{hkl} &= \frac{\mathbf{r}}{a_1} / h \cdot hb_1 + \frac{\mathbf{r}}{a_1} / h \cdot kb_2 + \frac{\mathbf{r}}{a_1} / h \cdot lb_3 - \frac{\mathbf{r}}{a_2} / k \cdot hb_1 - \frac{\mathbf{r}}{a_2} / k \cdot kb_2 - \frac{\mathbf{r}}{a_2} / k \cdot lb_3 \\ w \cdot \mathbf{G}_{hkl} &= 2p + 0 + 0 - 0 - 2p - 0 \\ w \cdot \mathbf{G}_{hkl} &= 0 \end{aligned}$$

$$2. \text{Pembuktian } d_{hkl} = \frac{2p}{|G_{hkl}|}$$

Dari gambar terlihat bahwa  $d_{hkl} \perp (hkl)$  melewati titik asal. Hal ini artinya bahwa  $d_{hkl}$  adalah proyeksi  $xa_1, ya_2$  dan  $za_3$  pada garis normal bidang  $(hkl)$ . Jika  $\mathbf{n}$  adalah vektor satuan, dengan melihat gambar 1. maka:

$$\text{dimana } \mathbf{n} = \hat{G}_{hkl} = \frac{G_{hkl}}{|G_{hkl}|}$$

$$d_{hkl} = \frac{|a_1|}{h} \cos f = \frac{a_1}{h} \cdot n$$

sejak  $G_{hkl}$  tegak lurus bidang  $hkl$ , kita buat vektor satuan  $n$  diatas

$$d_{hkl} = \frac{|a_1|}{h} \cdot \frac{G_{hkl}}{|G_{hkl}|}$$

$$d_{hkl} = \frac{a_1}{h} \cdot \frac{(hb_1 + kb_2 + lb_3)}{|G_{hkl}|}$$

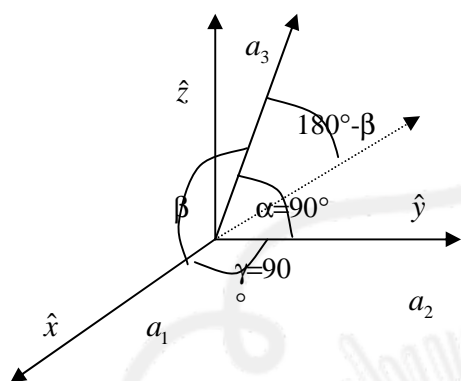
$$d_{hkl} = \frac{2p}{|G_{hkl}|}$$

$$d_{hkl} = \frac{1}{|G_{hkl}|}$$



## LAMPIRAN II

## PENURUNAN RUMUS BIDANG KRISTAL MONOKLINIK



Sistem monoklinik

$$(a_1 \neq a_2 \neq a_3); \alpha = \gamma = 90^\circ, \beta > 90^\circ$$

$$\mathbf{a}_1 = a_1 \hat{x}$$

$$\mathbf{a}_2 = a_2 \hat{y}$$

$$\mathbf{a}_3 = a_3 \cos(180^\circ - \beta) \hat{x}$$

$$+ a_3 \sin(180^\circ - \beta) \hat{z}$$

$$\mathbf{a}_3 = a_3 [\cos(180^\circ - \beta) \hat{x} + \sin(180^\circ - \beta) \hat{z}]$$

$$\mathbf{r}_{a_3} = a_3 \left[ (\cos 180^\circ \cdot \cos \beta + \sin 180^\circ \cdot \sin \beta) \hat{x} \right. \\ \left. + (\sin 180^\circ \cdot \cos \beta - \cos 180^\circ \cdot \sin \beta) \hat{z} \right]$$

$$\mathbf{r}_{a_3} = a_3 [-\cos \beta \hat{x} - (-\sin \beta) \hat{z}]$$

$$\mathbf{r}_{a_3} = -\cos \beta \hat{x} + \sin \beta \hat{z}$$

$$\mathbf{r}_{b_1} = \frac{2p}{\Omega} (\mathbf{r}_{a_2} \cdot \mathbf{r}_{a_3})$$

$$\mathbf{r}_{b_1} = 2p \frac{(a_2 \hat{y} \cdot (-a_3 \cos \beta \hat{x} + a_3 \sin \beta \hat{z}))}{a_1 \hat{x} \cdot (\cos \beta \hat{z} + a_2 a_3 \sin \beta \hat{x})}$$

$$\mathbf{r}_{b_1} = 2p \frac{(-a_2 a_3 \cos \beta \hat{z} + a_2 a_3 \sin \beta \hat{x})}{a_1 a_2 a_3 \sin \beta}$$

$$\mathbf{r}_{b_1} = 2p \left( \frac{-\cos \beta}{a_1 \sin \beta} \hat{z} + \frac{1}{a_1} \hat{x} \right)$$

$$\mathbf{r}_{b_3} = \frac{2p}{\Omega} (\mathbf{r}_{a_1} \cdot \mathbf{r}_{a_2})$$

$$\mathbf{r}_{b_3} = 2p \frac{a_1 \hat{x} \cdot a_2 \hat{y}}{a_1 \hat{x} \cdot (\cos \beta \hat{z} + a_2 a_3 \sin \beta \hat{x})}$$

$$\mathbf{r}_{b_3} = \frac{a_1 a_2 \hat{z}}{a_1 a_2 a_3 \sin \beta}$$

$$\mathbf{r}_{b_3} = \left( \frac{2p}{a_3 \sin \beta} \right) \hat{z}$$

$$\mathbf{r}_{b_2} = \frac{2p}{\Omega} (\mathbf{r}_{a_3} \cdot \mathbf{r}_{a_1})$$

$$\mathbf{r}_{b_2} = 2p \frac{(-a_3 \cos \beta \hat{x} + a_3 \sin \beta \hat{z}) \cdot a_1 \hat{x}}{a_1 \hat{x} \cdot (\cos \beta \hat{z} + a_2 a_3 \sin \beta \hat{x})}$$

$$\mathbf{r}_{b_2} = 2p \left( \frac{a_1 a_3 \sin \beta \hat{y}}{a_1 a_2 a_3 \sin \beta} \right)$$

$$\mathbf{r}_{b_2} = \frac{2p}{a_2} \hat{y}$$

$$G_{hkl} = \mathbf{\hat{b}}_1 h + \mathbf{\hat{b}}_2 k + \mathbf{\hat{b}}_3 l$$

$$G_{hkl} = 2p \left[ -\frac{\cos b}{a_1 \sin b} \hat{z} + \frac{1}{a_1} \hat{x} \right] h + 2p \left[ \frac{1}{a_2} \hat{y} \right] k + 2p \left[ \frac{1}{a_3 \sin b} \hat{z} \right] l$$

$$G_{hkl} = -2p \frac{\cos bh}{a_1 \sin b} \hat{z} + \frac{2ph}{a_1} \hat{x} + \frac{2pk}{a_2} \hat{y} + \frac{2pl}{a_3 \sin b} \hat{z}$$

$$G_{hkl} = \frac{2ph}{a_1} \hat{x} + \frac{2pk}{a_2} \hat{y} + 2p \left[ \frac{l}{a_3 \sin b} - \frac{h \cos b}{a_1 \sin b} \right] \hat{z}$$

$$|G_{hkl}| = 2p \sqrt{\frac{h^2}{a_1^2} + \frac{k^2}{a_2^2} + \left[ \frac{l}{a_3 \sin b} - \frac{h \cos b}{a_1 \sin b} \right]^2}$$

$$|G_{hkl}| = 2p \sqrt{\frac{h^2}{a_1^2} + \frac{k^2}{a_2^2} + \frac{l^2}{a_3^2 \sin^2 b} - \frac{2hl \cos b}{a_1 a_3 \sin^2 b} + \frac{h^2 \cos^2 b}{a_1^2 \sin^2 b}}$$

$$|G_{hkl}| = 2p \sqrt{\frac{h^2 \sin^2 b}{a_1^2 \sin^2 b} + \frac{k^2}{a_2^2} + \frac{l^2}{a_3^2 \sin^2 b} - \frac{2hl \cos b}{a_1 a_3 \sin^2 b} + \frac{h^2 \cos^2 b}{a_1^2 \sin^2 b}}$$

$$|G_{hkl}| = 2p \sqrt{\frac{h^2 \sin^2 b + h^2 \cos^2 b}{a_1^2 \sin^2 b} + \frac{k^2}{a_2^2} + \frac{l^2}{a_3^2 \sin^2 b} - \frac{2hl \cos b}{a_1 a_3 \sin^2 b}}$$

$$|G_{hkl}| = 2p \sqrt{\frac{h^2}{a_1^2 \sin^2 b} + \frac{k^2}{a_2^2} + \frac{l^2}{a_3^2 \sin^2 b} - \frac{2hl \cos b}{a_1 a_3 \sin^2 b}}$$

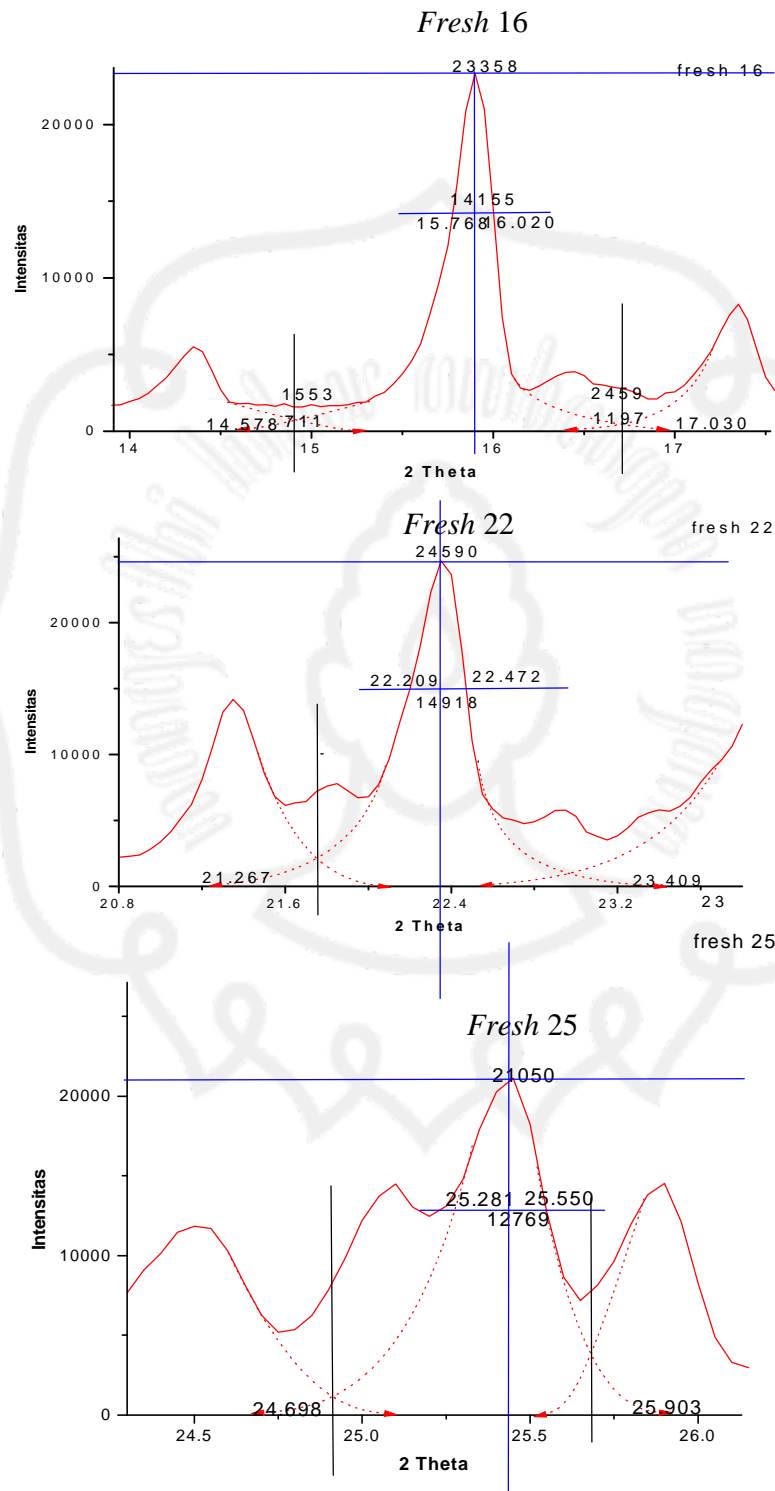
$$d_{hkl} = \frac{2p}{|G_{hkl}|}$$

$$d_{hkl} = \frac{2p}{2p \sqrt{\frac{h^2}{a_1^2 \sin^2 b} + \frac{k^2}{a_2^2} + \frac{l^2}{a_3^2 \sin^2 b} - \frac{2hl \cos b}{a_1 a_3 \sin^2 b}}}$$

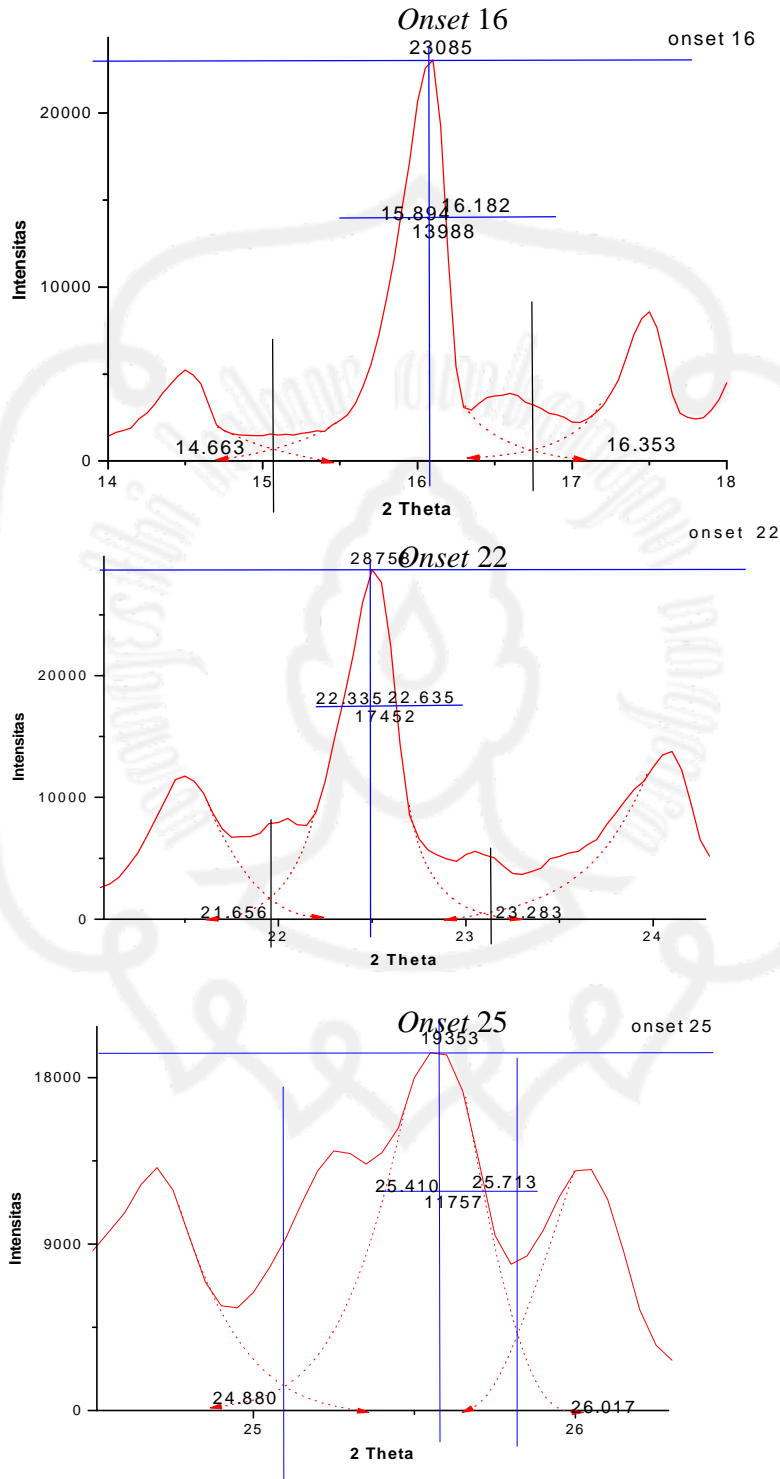
$$\frac{1}{(d_{hkl})^2} = \frac{h^2}{a_1^2 \sin^2 b} + \frac{k^2}{a_2^2} + \frac{l^2}{a_3^2 \sin^2 b} - \frac{2hl \cos b}{a_1 a_3 \sin^2 b}$$

$$\frac{1}{(d_{hkl})^2} = \frac{1}{\sin^2 b} \left( \frac{h^2}{a_1^2} + \frac{k^2 \sin^2 b}{a_2^2} + \frac{l^2}{a_3^2} - \frac{2hl \cos b}{a_1 a_2} \right)$$

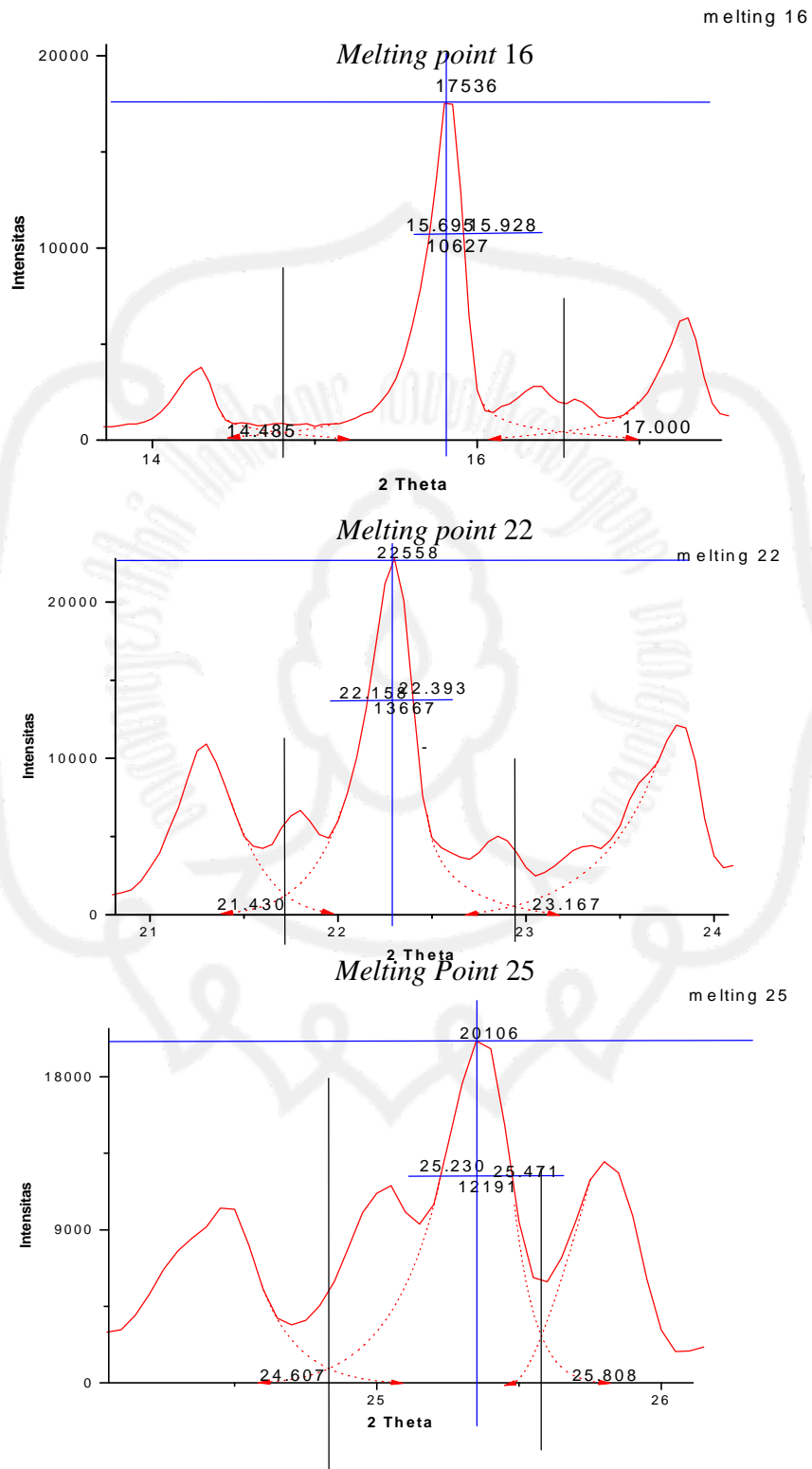
A. PUNCAK DOMINAN NARINGENIN FRESH



B. PUNCAK DOMINAN NARINGENIN ONSET



### C. PUNCAK DOMINAN NARINGENIN MELTING POINT



## LAMPIRAN VI

## TABEL UKURAN BUTIR KRISTAL NARINGENIN

Puncak *naringenin Fresh*

Material <i>Naringenin</i>		Radiasi $CuK\alpha$			$\lambda=1.5406 \text{ \AA}$
puncak	$\theta$ (Radian)	Cos $\theta$	FWHM(rad)	B Cos $\theta$	$t=\lambda/B \cos \theta$
1	15.8557	0.9905	0.252	4.3542E-03	3.5382E+02
2	22.2996	0.9811	0.255	4.3643E-03	3.5300E+02
3	25.4000	0.9756	0.264	4.4930E-03	3.4289E+02

Puncak *naringenin Onset*

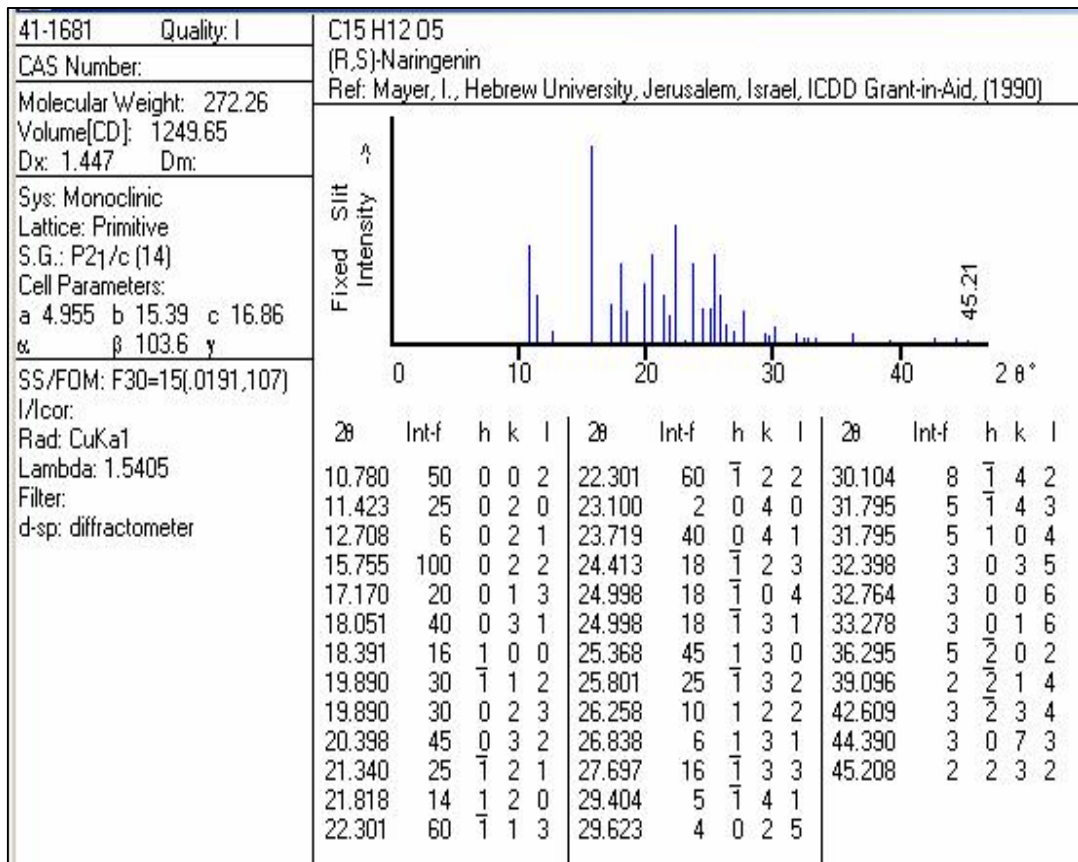
Material <i>Naringenin</i>		Radiasi $CuK\alpha$			$\lambda=1.5406 \text{ \AA}$
puncak	$\theta$ (Radian)	Cos $\theta$	FWHM(rad)	B Cos $\theta$	$t=\lambda/B \cos \theta$
1	16.0112	0.9903	0.289	4.9925E-03	3.0858E+02
2	22.4641	0.9809	0.300	5.1334E-03	3.0011E+02
3	25.5500	0.9753	0.303	5.1551E-03	2.9885E+02

Puncak *naringenin Melting Point*

Material <i>Naringenin</i>		Radiasi $CuK\alpha$			$\lambda=1.5406 \text{ \AA}$
puncak	$\theta$ (Radian)	Cos $\theta$	FWHM(rad)	B Cos $\theta$	$t=\lambda/B \cos \theta$
1	15.7745	0.9905	0.223	3.8532E-03	3.9983E+02
2	22.2441	0.9812	0.226	3.8683E-03	3.9826E+02
3	25.3206	0.9757	0.235	3.9998E-03	3.8517E+02

LAMPIRAN IV

Data Difraksi Naringenin dari JCPDS\_ICDD



## LAMPIRAN III

Tabel Hasil pemanasan *naringenin* dari suhu 30<sup>0</sup>C sampai suhu 300<sup>0</sup>C  
(Affandi, 2005)

No	Massa Sampel (mg)	Laju Pemanasan (°C/Min)	Enthalpi (J)	Enthalpi Spesifik (J/g)	T Onset (°C)	T Endset (°C)	T Puncak (°C)
1	20	2	-3.2	-162	244.7	251.6	247.6
2	5	5	-0.6	-127	246.1	252.9	250.1
3	10	5	-1.1	-114	246.2	255.0	250.0
4	15	5	-1.7	-110	246.3	254.7	250.6
5	20	5	-2.5	-126	246.5	255.9	251.5
6	5	10	-0.4	-84	246.5	254.1	250.1
7	10	10	-1.0	-101	241.9	255.8	249.7
8	15	10	-1.6	-108	248.1	259.9	253.2
9	20	10	-2.2	-109	249.2	261.8	254.9
10	20	20	-2.7	-136	248.7	273.8	257.9

Temperatur *Onset naringenin*

$$\bar{T} = \frac{\sum_{i=1}^n T_i}{n}$$

$$\bar{T} = \frac{2464.2}{10}$$

$$T = 246.4^{\circ}\text{C}$$

$$\Delta T = \frac{1}{n} \sqrt{\frac{n \sum_{i=1}^n T_i^2 - \left(\sum_{i=1}^n T_i\right)^2}{n-1}}$$

$$\Delta T = \frac{1}{10} \sqrt{\frac{6072674.8 - 6072281.64}{9}}$$

$$\Delta T = \frac{1}{10} \times 6.60942$$

$$\Delta T = 0.660942$$

$$\Delta T = 0.7^{\circ}\text{C}$$

Sehingga temperatur *onset*

$$T = (\bar{T} \pm \Delta T)$$

$$T = (246.4 \pm 0.7)^{\circ}\text{C}$$

Temperatur *Meltingpoint naringenin*

$$\bar{T} = \frac{\sum_{i=1}^n T_i}{n}$$

$$T = \frac{2515.6}{10}$$

$$T = 251.6^{\circ}\text{C}$$

$$\Delta T = \frac{1}{n} \sqrt{\frac{n \sum_{i=1}^n T_i^2 - \left(\sum_{i=1}^n T_i\right)^2}{n-1}}$$

$$\Delta T = \frac{1}{10} \sqrt{\frac{6329051.4 - 6328243.36}{9}}$$

$$\Delta T = \frac{1}{10} \times 9.4253481$$

$$\Delta T = 0.9425$$

$$\Delta T = 0.9^{\circ}\text{C}$$

Sehingga temperatur *melting point*

$$T = (\bar{T} \pm \Delta T)$$

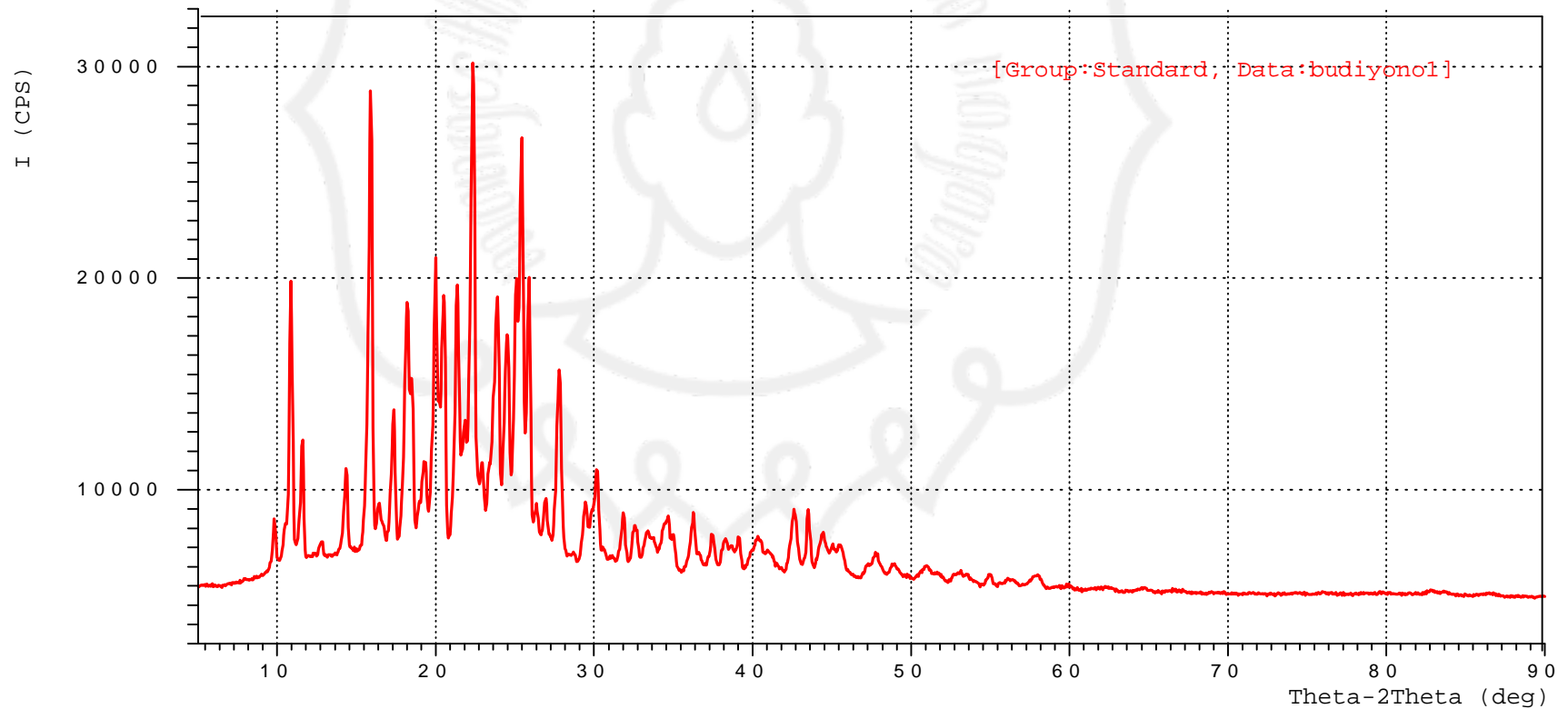
$$T = (251.6 \pm 0.9)^{\circ}\text{C}$$



**LAMPIRAN V**  
**POLA DIFRAKSI SAMPEL NARINGENIN**

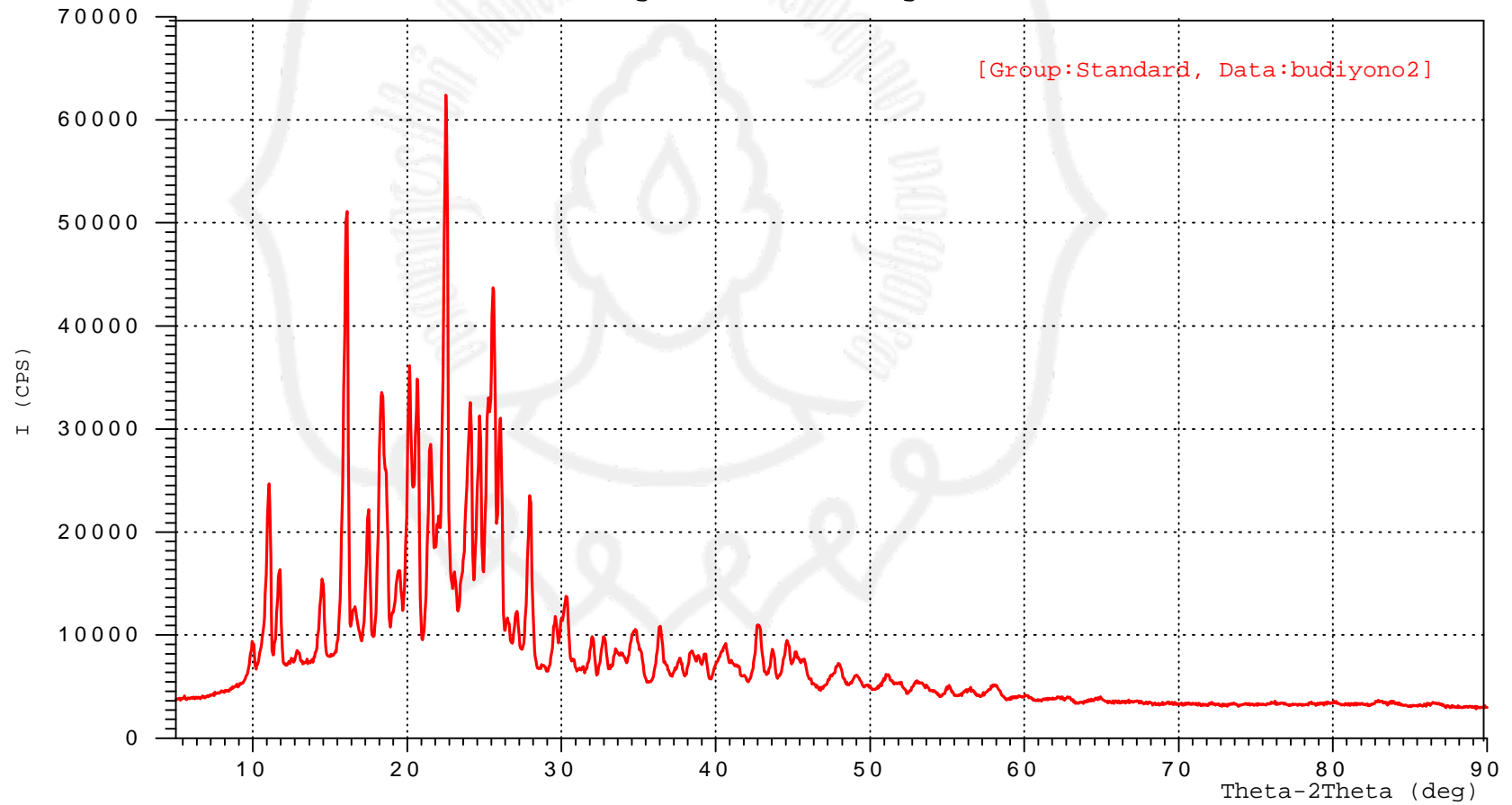
\*\*\* Multi Plot \*\*\*

File Name : Standard\budiyono  
Sample Name : Comment : File Fresh  
Date & Time : 10-15-04 10:06:35  
Condition :  
X-ray Tube : Cu(1.54060 A) Voltage : 40.0 kV Current : 30.0 mA  
Scan Range : 5.000 <-> 100.000 deg Step Size : 0.0500 deg  
Count Time : 0.60 sec Slit Ds : 1.00 deg SS : 1.00 deg RS : 0.30 nm



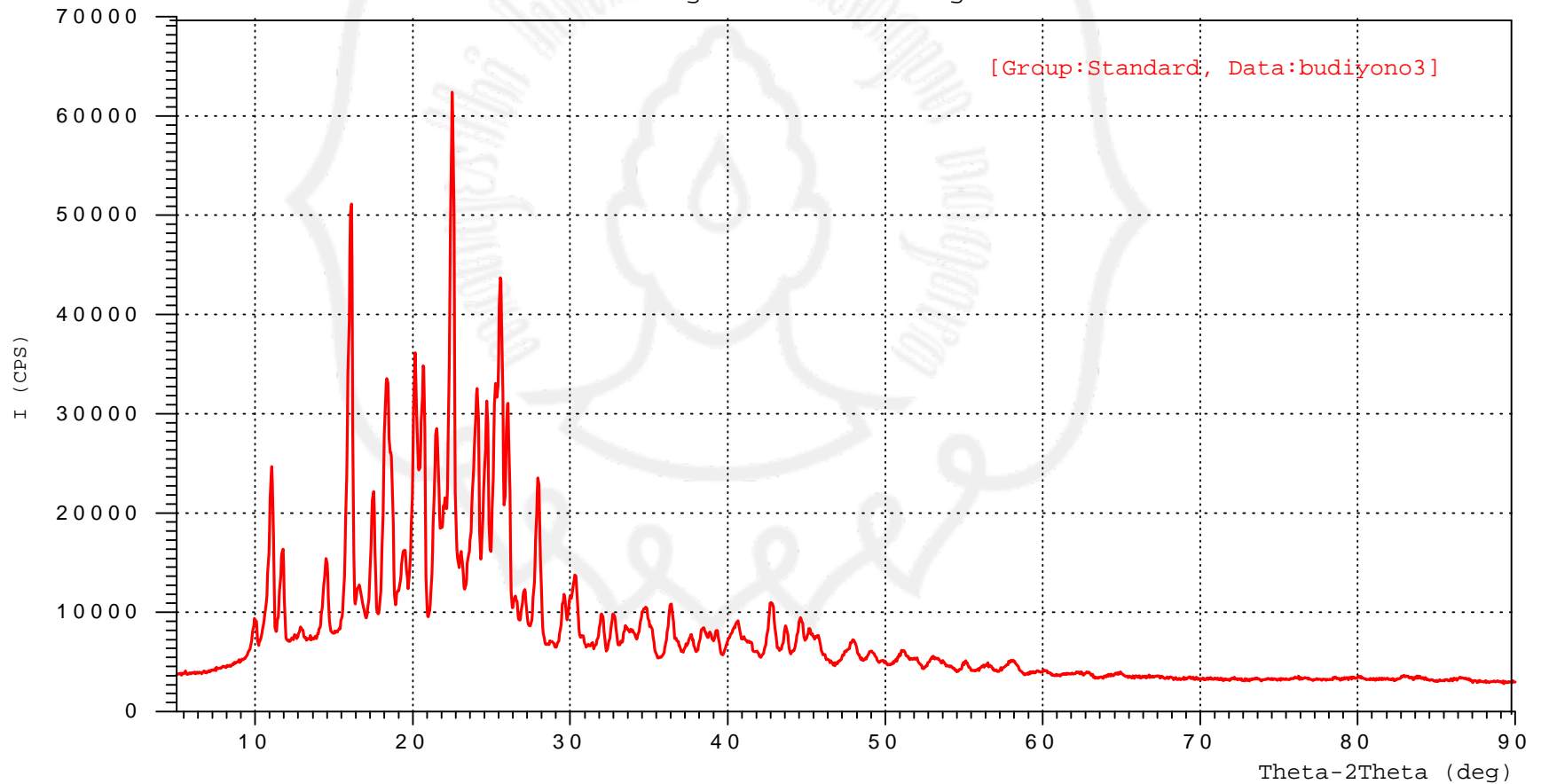
## \*\*\* Multi Plot \*\*\*

File Name : Standard\budiyono2  
Sample Name : Naringenin 246 Comment :  
Date & Time : 10-27-04 11:46:05  
Condition :  
X-ray Tube : Cu(1.54060 A) Voltage : 40.0 kV Current : 30.0 mA  
Scan Range : 5.000 <-> 100.000 deg Step Size : 0.0500 deg  
Count Time : 0.60 sec Slit Ds : 1.00 deg SS : 1.00 deg RS : 0.30 nm



## \*\*\* Multi Plot \*\*\*

File Name : Standard\budiyono3  
Sample Name : Naringenin 251 Comment :  
Date & Time : 07-12-04 12:23:52  
Condition :  
X-ray Tube : Cu(1.54060 A) Voltage : 40.0 kV Current : 30.0 mA  
Scan Range : 5.000 <-> 100.000 deg Step Size : 0.0500 deg  
Count Time : 0.60 sec Slit Ds : 1.00 deg SS : 1.00 deg RS : 0.30 nm



**LAMPIRAN VII**  
**OUT PUT PROGRAM**

**Name : Sample naringenin Onset**

»

SELAMAT DATANG DI PROGRAM PENENTUAN PARAMETER KISI a,b,c  
KRISTAL MONOKLINIK

Petunjuk penggunaan program ini adalah sebagai berikut :

1. Masukkan jumlah sudut 2 tetha yang akan dieksekusi dengan menuliskan angka setelah ada perintah (masukkan jumlah data= ).
2. Masukkan Harga sudut 2 tetha (sudut difraksi) yang jumlahnya sesuai dengan petunjuk pertama, diawali dengan tanda [ dan diakhiri dengan tanda ], antara tetha satu dengan yang lain diberi spasi satu.
3. Masukkan jumlah angka dibelakang koma dengan menuliskan angka setelah ada perintah ( masukkan jumlah angka dibelakang koma ).
4. Masukkan harga panjang gelombang yang digunakan sinar-X untuk mengidentifikasi kristal dalam satuan angstrom.
5. Masukkan harga sudut betha yaitu sudut antara sumbu a dan c .

masukkan jumlah data=15

masukkan harga tetha=[22.2441 25.3206 15.7745 20.4033 19.9336 25.7628 18.1000 23.7251  
25.0000 24.3922 18.4000 27.7004 10.8120 17.2458 21.7500]

masukkan jumlah angka dibelakang koma=4

masukkan harga lamda=1.5406

masukkan harga betha=103.6

A = 0.0025

a = 15.4060

B = 0.0147

b = 6.5366

masukkan jumlah data=15

masukkan harga tetha=[22.2441 25.3206 15.7745 20.4033 19.9336 25.7628 18.1000 23.7251  
25.0000 24.3922 18.4000 27.7004 10.8120 17.2458 21.7500]

masukkan jumlah angka dibelakang koma=4

masukkan harga h1=0

masukkan harga k1=2

masukkan harga l1=2

masukkan harga h2=1

masukkan harga k2=2

masukkan harga l2=2

masukkan harga h3=1

masukkan harga k3=3

masukkan harga l3=1

masukkan harga h4=-1

masukkan harga k4=0

masukkan harga l4=4

C = 0.0020

c = 17.7213

Jadi parameter kisi kristal monoklinik diatas adalah

parameter kisi a = 15.406

parameter kisi b = 6.5366

parameter kisi c = 17.7213

satuan parameter kisi dalam orde angstrom

**Name: Sample naringenin fresh**

»

SELAMAT DATANG DI PROGRAM PENENTUAN PARAMETER KISI a,b,c  
KRISTAL MONOKLINIK

Petunjuk penggunaan program ini adalah sebagai berikut :

1. Masukkan jumlah sudut 2 tetha yang akan dieksekusi dengan menuliskan angka setelah ada perintah (masukkan jumlah data= ).
2. Masukkan Harga sudut 2 tetha (sudut difraksi) yang jumlahnya sesuai dengan petunjuk pertama, diawali dengan tanda [ dan diakhiri dengan tanda ], antara tetha satu dengan yang lain diberi spasi satu.
3. Masukkan jumlah angka dibelakang koma dengan menuliskan angka setelah ada perintah ( masukkan jumlah angka dibelakang koma ).
4. Masukkan harga panjang gelombang yang digunakan sinar-X untuk mengidentifikasi kristal dalam satuan angstrom.
5. Masukkan harga sudut betha yaitu sudut antara sumbu a dan c .

masukkan jumlah data=15

masukkan harga tetha=[22.2996 25.4000 15.8557 10.8605 19.9805 25.8452 25.0500 20.5000  
21.3360 18.1500 23.8155 24.4631 27.7508 18.5000 17.3077]

masukkan jumlah angka dibelakang koma=4

masukkan harga lamda=1.5406

masukkan harga betha=103.6

A = 0.0025

a = 15.4060

B = 0.0201

b = 5.5900

masukkan jumlah data=15

masukkan harga tetha=[22.2996 25.4000 15.8557 10.8605 19.9805 25.8452 25.0500 20.5000  
21.3360 18.1500 23.8155 24.4631 27.7508 18.5000 17.3077]

masukkan jumlah angka dibelakang koma=4

masukkan harga h1=0

masukkan harga k1=2

masukkan harga l1=2

masukkan harga h2=1

masukkan harga k2=2  
 masukkan harga l2=2  
 masukkan harga h3=1  
 masukkan harga k3=3  
 masukkan harga l3=1  
 masukkan harga h4=-1  
 masukkan harga k4=0  
 masukkan harga l4=4

C = 0.0020

c = 17.7213

Jadi parameter kisi kristal monoklinik diatas adalah

parameter kisi a = 15.406

parameter kisi b = 5.59

parameter kisi c = 17.7213

satuan parameter kisi dalam orde angstrom

### **Name: Sample naringenin melting Point**

»

#### **SELAMAT DATANG DI PROGRAM PENENTUAN PARAMETER KISI a,b,c KRISTAL MONOKLINIK**

Petunjuk penggunaan program ini adalah sebagai berikut :

1. Masukkan jumlah sudut 2 tetha yang akan dieksekusi dengan menuliskan angka setelah ada perintah (masukkan jumlah data= ).
2. Masukkan Harga sudut 2 tetha (sudut difraksi) yang jumlahnya sesuai dengan petunjuk pertama, diawali dengan tanda [ dan diakhiri dengan tanda ], antara tetha satu dengan yang lain diberi spasi satu.
3. Masukkan jumlah angka dibelakang koma dengan menuliskan angka setelah ada perintah ( masukkan jumlah angka dibelakang koma ).
4. Masukkan harga panjang gelombang yang digunakan sinar-X untuk mengidentifikasi kristal dalam satuan angstrom.
5. Masukkan harga sudut betha yaitu sudut antara sumbu a dan c .

masukkan jumlah data=15

masukkan harga tetha=[22.4641 16.0112 25.5500 18.4005 20.1500 25.2500 20.6000 25.9841  
23.9902 10.9959 24.6367 21.4914 27.9163 17.4527 11.6763]

masukkan jumlah angka dibelakang koma=4

masukkan harga lamda=1.5406

masukkan harga betha=103.6

A = 0.0025

a = 15.4060

B = 0.0078

b = 8.973

masukkan jumlah data=15

masukkan harga tetha=[22.4641 16.0112 25.5500 18.4005 20.1500 25.2500 20.6000 25.9841  
23.9902 10.9959 24.6367 21.4914 27.9163 17.4527 11.6763]

masukkan jumlah angka dibelakang koma=4

masukkan harga  $h_1=0$

masukkan harga  $k_1=2$

masukkan harga  $l_1=2$

masukkan harga  $h_2=1$

masukkan harga  $k_2=2$

masukkan harga  $l_2=2$

masukkan harga  $h_3=1$

masukkan harga  $k_3=3$

masukkan harga  $l_3=1$

masukkan harga  $h_4=-1$

masukkan harga  $k_4=0$

masukkan harga  $l_4=4$

$C = 0.002$

$c = 17.7213$

Jadi parameter kisi kristal monoklinik diatas adalah

parameter kisi  $a = 15.406$

parameter kisi  $b = 8.9735$

parameter kisi  $c = 17.7213$

satuan parameter kisi dalam orde angstrom

