

Penuntun Praktikum Anorganik I Kimia Unsur Golongan Utama

Tim Penyusun:
Irma Mulyani
I Nyoman Marsih
Rino R. Mukti
Arie Hardian
Grandprix Thomyres



**Laboratorium Kimia Anorganik
Program Studi Kimia, FMIPA ITB
2016**

	Hal
1. Pendahuluan	
1.1 Tujuan Kegiatan Praktikum	2
1.2 Penilaian Praktikum	2
1.3 Keselamatan Kerja di Laboratorium	2
1.4 Peraturan Umum Bekerja di Laboratorium Kimia Anorganik	3
1.5 Persiapan Praktikum	4
1.6 Laporan Praktikum	4
1.7 Jadwal Kegiatan Praktikum	5
2. Percobaan	6
2.1 Modul 1: Reaksi-reaksi Kimia Senyawa Golongan Utama	7
2.2 Modul 2: Sintesis dan Rekrystalisasi Krom Alum	9
2.3 Modul 3: Sintesis Urea-Hidrogen Peroksida	13
2.4 Modul 4: Sintesis γ -Al ₂ O ₃ dengan Metoda Sol-Gel	15
2.5 Modul 5: Sintesis Zeolit ZSM-5 dengan Metoda Hidrotermal	17
2.6 Modul 6: Karakterisasi Padatan Oksida dengan Difraksi Sinar-X	20

1. Pendahuluan

1.1 Tujuan Kegiatan Praktikum

Tujuan kegiatan praktikum anorganik adalah memperkenalkan beberapa metoda dan teknik umum dalam percobaan kimia anorganik, antara lain: teknik sintesis, pemurnian, isolasi, dan karakterisasi. Selain itu, kegiatan praktikum ini bertujuan membantu mahasiswa dalam memahami sifat fisika dan kimia senyawa anorganik

1.2 Penilaian Praktikum

Penilaian kegiatan praktikum anorganik, meliputi:

Penilaian	Bobot
1. Quiz	25 %
2. Persiapan, kegiatan praktikum	25 %
3. Laporan	25 %
4. Ujian	25 %

Kegiatan praktikum merupakan bagian dari perkuliahan KI3131 Golongan Utama (3(1) sks). Presentasi nilai praktikum terhadap nilai perkuliahan adalah 30 %. Nilai minimum yang harus dicapai untuk praktikum adalah **55**. Bila nilai praktikum kurang dari 55, praktikan dinyatakan TIDAK LULUS PRAKTIKUM.

Catatan: Mahasiswa wajib mengikuti semua kegiatan praktikum. Jika berhalangan hadir karena sakit, maka harus memberikan surat keterangan sakit dari dokter.

1.3 Keselamatan Bekerja di Laboratorium

Perlengkapan yang harus digunakan selama kegiatan praktikum:

- Jas lab lengan panjang, untuk melindungi diri dari percikan bahan-bahan kimia yang dapat menyebabkan iritasi dan luka bakar.
- Sepatu tertutup, bukan sandal, untuk melindungi kaki dari tumpahan bahan kimia
- Kaca mata pengaman (goggle), untuk melindungi mata dari percikan bahan kimia yang bersifat korosif, juga dari uap/asap larutan asam (contohnya asam klorida), dan partikel-partikel yang terdapat di laboratorium.
- Contact lens* tidak boleh digunakan di laboratorium sebab uap pelarut organik mudah terperangkap didalamnya.
- Rambut yang panjang harus diikat dan dimasukkan kedalam jas lab.
- Masker, untuk mencegah terhirupnya uap bahan-bahan kimia, seperti uap HCl, gas NH₃, gas H₂S, benzene, toluene, ether, dll.
- Sarung tangan, untuk melindungi tangan saat mengambil bahan-bahan kimia berbahaya sesuai dengan panduan MSDS.

Hal-hal yang perlu diperhatikan selama praktikum:

- Hindari berada di dekat sumber api saat menggunakan bahan-bahan kimia yang mudah terbakar.
- Berhati-hatilah jika menggunakan bahan-bahan kimia yang dapat menyebabkan luka bakar.

- c. Jika menggunakan bahan-bahan kimia yang beracun, hindari kontak yang dapat menyebabkan zat tersebut mengenai atau memasuki tubuh anda.
- d. Berhati-hatilah saat menggunakan alat pemanas berbahan bakar gas (*bunsen*)

Cara-cara penanganan kecelakaan di laboratorium

KEBAKARAN: Segera padamkan sumber api dengan menggunakan lab basah/ alat pemadam kebakaran, tergantung besar-kecilnya sumber api.

PERCIKAN BAHAN KIMIA:

- a. Jika mengenai mata, segera dibasuh dengan air dan mata jangan dipegang/disentuk atau digosok-gosok dengan tangan.
- b. Jika kulit terkena asam, bersihkan dengan lap kering dan kemudian dibilas dengan air. Setelah itu, rendam dalam larutan natrium bikarbonat.
- c. Jika terkena basa, segera dibilas dengan air.
- d. Jika terkena senyawa organik, dilap dengan menggunakan lap kering/tissue dan kemudian dibilas dengan air sabun.
- e. Jika terkena asam sulfat, gunakan larutan asam pikrat.
- f. Jika luka karena brom, gunakan anti brom.

TERLUKA: Cuci luka dengan air bersih dan sabun, kemudian bersihkan dengan obat antiseptik dan tutup dengan kasa. Biarkan luka mengering.

Apabila terjadi kebakaran/kecelakaan di labotorium, jangan panik dan segera laporkan pada asisten/pemimpin praktikum. Keluar dari lab melalui tangga.

1.4 Peraturan Umum Bekerja di Laboratorium Kimia Anorganik

- a. Selama praktikum berlangsung, praktikan bekerja dibawah pengawasan asisten dan pemimpin praktikum.
- b. Bekerja harus sesuai dengan prosedur yang sudah ditentukan, tidak boleh mengubah prosedur yang tertulis pada buku petunjuk praktikum tanpa persetujuan pemimpin praktikum/ asisten.
- c. Bahan kimia harus diletakkan pada tempat yang sudah ditentukan.
- d. Setelah mengambil zat, wadah bahan kimia segera ditutup, supaya tidak terkontaminasi oleh bahan kimia lainnya atau teroksidasi oleh udara.
- e. Sebelum menggunakan instrument, praktikan harus mengetahui cara penggunaan instrument tersebut dengan benar. Praktikan dapat bertanya kepada asisten.
- f. Dilarang keras makan, minum, dan merokok di dalam laboratorium.
- g. Praktikan harus menjaga kebersihan di laboratorium:
- h. Pecahan gelas dan kertas-kertas bekas tidak boleh berserakan di meja maupun di lantai,
- i. Bahan-bahan kimia yang digunakan tidak boleh tercecer di meja maupun di lantai,
- j. Tumpahan atau percikan bahan kimia harus segera dibersihkan dengan lap,
- k. Sisa bahan kimia setelah praktikum harus ditampung pada botol-botol penampung yang sudah disediakan, jangan dituangkan ke wasbak pencuci, kecuali anda yakin bahan tersebut boleh dibuang ke wasbak.
- l. Praktikan harus mengetahui letak kotak P3K, cara menggunakan alat pemadam kebakaran, dan pintu darurat di laboratorium.
- m. Sebelum meninggalkan laboratorium:
 - i. Padamkan sumber api
 - ii. Tutup kran gas
 - iii. Tutup kran air
 - iv. Bersihkan tempat kerja
 - v. Matikan lampu

1.5 Persiapan Praktikum

Sebelum melakukan kegiatan praktikum, hal-hal yang harus disiapkan oleh praktikan:

- Membaca dan mempelajari modul praktikum sesuai dengan jadwal yang sudah ditentukan.
- Membuat buku jurnal** yang berisi (i) judul praktikum, (ii) tanggal praktikum, (iii) tujuan praktikum, (iv) prinsip percobaan, (v) bahan kimia yang digunakan, serta dilengkapi dengan informasi sifat kimia dan fisik bahan kimia dan kriterianya sesuai dengan MSDS (*material safety data sheet*), (vi) diagram alir percobaan, (vii) data pengamatan & pengolahan data, (viii) pembahasan, (ix) kesimpulan, dan (x) daftar pustaka. **Buku jurnal** merupakan buku tulis bergaris **ukuran A4**
- Membuat **tugas pendahuluan** pada **kertas folio** bergaris dan dikumpulkan sebelum kegiatan praktikum.

1.6 Laporan Praktikum

Laporan dibuat pada kertas A4, dengan format sebagai berikut (seperti penulisan artikel ilmiah, 1 halaman terdiri dari 2 kolom):

Judul percobaan	
<i>Nama praktikan</i> <i>Kelompok</i>	
Pendahuluan <i>Menuliskan penjelasan singkat mengenai praktikum yang dilakukan, serta tujuan praktikum</i>	Hasil dan pembahasan
Bahan kimia, peralatan dan cara kerja <i>Bahan kimia</i>	Kesimpulan
<i>Peralatan</i>	
<i>Cara Kerja</i>	Daftar Pustaka
Asisten:	

1.7 Jadwal Kegiatan Praktikum

Minggu	Selasa tanggal	Kelompok	Rabu tanggal	Kelompok	Kegiatan
1	30-Aug-16	A dan C	31-Aug-16	B dan D	Pengarahan Praktikum, Cek Alat
2	06-Sep-16	A dan C	07-Sep-16	B dan D	Modul 1
3	13-Sep-16	A	14-Sep-16	B	Modul 2
4	20-Sep-16	C	21-Sep-16	D	Modul 2
5	27-Sep-16	A1, A4	28-Sep-16	B1, B4	Modul 3
		A2, A5		B2, B5	Modul 4
		A3, A6		B3, B6	Modul 5
6	04-Oct-16	C1, C4	05-Oct-16	D1, D4	Modul 3
		C2, C5		D2, D5	Modul 4
		C3, C6		D3, D6	Modul 5
7	11-Oct-16	A1, A4	12-Oct-16	B1, B4	Modul 4
		A2, A5		B2, B5	Modul 5
		A3, A6		B3, B6	Modul 3
8	18-Oct-16	C1, C4	19-Oct-16	D1, D4	Modul 4
		C2, C5		D2, D5	Modul 5
		C3, C6		D3, D6	Modul 3
9	25-Oct-16	A1, A4	26-Oct-16	B1, B4	Modul 5
		A2, A5		B2, B5	Modul 3
		A3, A6		B3, B6	Modul 4
10	01-Nov-16	C1, C4	02-Nov-16	D1, D4	Modul 5
		C2, C5		D2, D5	Modul 3
		C3, C6		D3, D6	Modul 4
11	08-Nov-16	A dan C	09-Nov-16	B dan D	Analisis XRD, Pengumpulan Laporan modul 1,2, dan 3. Pengembalian alat
12	15-Nov-16	A dan C	16-Nov	B dan D	Pengumpulan laporan modul 4-6 dan 5-6. Ujian Penutup Praktikum
13	22-Nov-16	Asisten dan Pimprak			Pemasukan Nilai Praktikum

Modul 1: Reaksi-reaksi Kimia Senyawa Golongan Utama

Modul 2: Sintesis dan Rekristalisasi Krom Alum

Modul 3: Sintesis Urea-Hidrogen Peroksida

Modul 4: Sintesis γ -Al₂O₃ dengan Metoda Sol-Gel

Modul 5: Sintesis Zeolit ZSM-5 dengan Metoda Hidrotermal

Modul 6: Karakterisasi Padatan Oksida dengan Difraksi Sinar-X

Modul 1

Reaksi-reaksi Kimia Senyawa Golongan Utama

PENDAHULUAN

Suatu reaksi kimia dikatakan berlangsung bila diamati adanya produk reaksi, yang dapat berupa: (i) endapan, (ii) gas, (iii) perubahan pH larutan, dan (iv) perubahan warna larutan. Secara umum, senyawa-senyawa nitrat, halida, asetat, dan klorat dari golongan utama larut baik dalam air. Sementara senyawa-senyawa hidroksida, karbonat, sulfat, fosfat dari unsur golongan 2 memiliki kelarutan yang kecil dalam air dibandingkan dengan senyawa-senyawa unsur golongan 1. Berdasarkan perbedaan kelarutan tersebut, sifat kelarutan tersebut digunakan dalam analisis kualitatif garam-garam golongan utama. Reaksi-reaksi asam-basa atau redoks dari senyawa-senyawa golongan utama juga digunakan dalam pembentukan gas, seperti pembentukan gas hidrogen, oksigen, nitrogen dioksida, belerang dioksida, dan klor. Dalam modul ini akan dilakukan beberapa reaksi yang menggunakan senyawa-senyawa golongan utama. Tujuan praktikum ini adalah mahasiswa diharapkan mengenal sifat kimia dan fisik beberapa senyawa golongan utama serta dapat menuliskan persamaan reaksi dengan baik.

ALAT DAN BAHAN

Peralatan yang diperlukan dalam percobaan ini meliputi kertas mika, karton hitam, pipet tetes, tabung reagen, peralatan gelas, balon.

Bahan yang diperlukan dalam percobaan ini meliputi larutan NH_4Cl , NaNO_3 , KNO_3 , $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2$, $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2$, $\text{Ba}(\text{NO}_3)_2$, $\text{Al}(\text{NO}_3)_3$, $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$, HCl , NaOH , Na_2CO_3 , Na_2SO_3 , Na_2SO_4 , Na_3PO_4 , Na_2HPO_4 , Na_2CrO_4 , Na_2S .
(larutan setiap kelompok sudah disiapkan oleh analis)

Reagen untuk kation dengan konsentrasi masing-masing 1 M/0,5 M: NH_4Cl , NaNO_3 , KNO_3 , $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2$, $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2$, $\text{Ba}(\text{NO}_3)_2$, $\text{Al}(\text{NO}_3)_3$, $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$, HCl .

Reagen untuk anion dengan konsentrasi masing-masing 1 M/0,5 M: NaOH , Na_2CO_3 , Na_2SO_3 , Na_2SO_4 , Na_3PO_4 , Na_2HPO_4 , Na_2CrO_4 , Na_2S

CARA KERJA

a. Reaksi kation dan anion

- ✓ Siapkan plastik mika transparan, yang di bawahnya dialaskan dengan kertas karton berwarna hitam agar dapat mengamati produk reaksi (gelembung gas, endapan, ataukah perubahan warna)
- ✓ Uji 1: Setiap larutan kation (8 larutan) diteteskan pada plastik mika tersebut sebanyak 1-2 tetes, diberi jarak antar larutan satu dengan yang lainnya. Setiap larutan kation tersebut direaksikan dengan larutan **HCl**. Setelah selesai pengamatan, kertas plastik mika dibersihkan dengan tisu.
- ✓ Uji 2: lakukan hal sama seperti pada uji 1, larutan HCl diganti dengan larutan **NaOH**.
- ✓ Uji 3: lakukan hal sama seperti pada uji 1, larutan HCl diganti dengan larutan **Na₂CO₃**.
- ✓ Uji 4: lakukan hal sama seperti pada uji 1, larutan HCl diganti dengan larutan **Na₂SO₃**.
- ✓ Uji 5 lakukan hal sama seperti pada uji 1, larutan HCl diganti dengan larutan **Na₂SO₄**.
- ✓ Uji 6 lakukan hal sama seperti pada uji 1, larutan HCl diganti dengan larutan **Na₃PO₄**.
- ✓ Uji 7 lakukan hal sama seperti pada uji 1, larutan HCl diganti dengan larutan **Na₂HPO₄**.
- ✓ Uji 8 lakukan hal sama seperti pada uji 1, larutan HCl diganti dengan larutan **Na₂CrO₄**.
- ✓ Uji 9 lakukan hal sama seperti pada uji 1, larutan HCl diganti dengan larutan **Na₂S**.

- b. Setiap praktikan diberi larutan sampel yang berisi campuran larutan garam yang digunakan dalam reaksi di atas. Identifikasi 2 kation dan 2 anion yang terdapat dalam larutan sampel tersebut.
- c. Pembentukan gas: lakukan reaksi-reaksi ini dalam tabung reaksi.
- ✓ gas CO₂: natrium bikarbonat dengan asam asetat (gas ditampung ke balon)
 - ✓ gas NO₂: natrium nitrit dengan besi(II) sulfat, dan kalium permanganat
 - ✓ gas O₂: larutan hidrogen peroksida dan hipoklorit (gas ditampung ke balon)
 - ✓ gas H₂: aluminium foil dipotong-potong kecil dengan larutan basa (gas ditampung ke balon)

TUGAS PENDAHULUAN

Perkirakan pengamatan yang akan diperoleh dalam reaksi-reaksi kation dan anion dalam tabel di bawah ini.

Pereaksi	NH ₄ ⁺	Na ⁺	K ⁺	Mg ²⁺	Ca ²⁺	Ba ²⁺	Al ³⁺	Pb ²⁺	H ⁺
Cl ⁻									
OH ⁻									
CO ₃ ²⁻									
SO ₃ ²⁻									
SO ₄ ²⁻									
PO ₄ ³⁻									
HPO ₄ ²⁻									
CrO ₄ ²⁻									
S ²⁻									

DAFTAR PUSTAKA

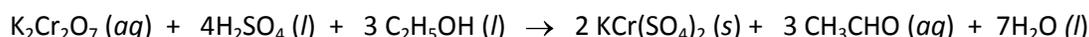
Housecroft, C.E., Sharpe, A.G.(2005), InorganiC Chemistry, 3nd ed.Pearson-prentice Hall.

Modul 2

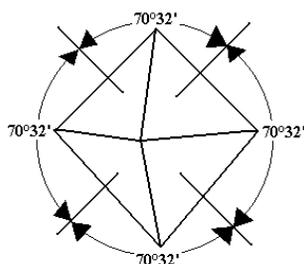
Sintesis & Rekrystalisasi Krom Alum

PENDAHULUAN

Dalam percobaan ini, kalium kromium sulfat, $\text{KCr}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12 \text{H}_2\text{O}$ (*krom alum*) disintesis melalui reaksi reduksi kalium dikromat dengan etanol, dengan persamaan reaksi sebagai berikut:



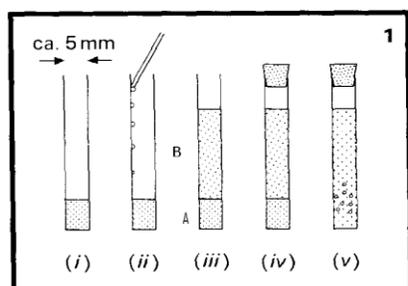
Senyawa ini dapat juga disintesis dari reaksi stoikiometri kalium sulfat dan kromium sulfat. Kalium kromium sulfat merupakan salah satu garam rangkap sulfat, yang mempunyai rumus umum $\text{M}^I\text{M}^{III}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$ (antara lain $\text{M}^I = \text{K}^+, \text{Na}^+, \text{NH}_4^+$ dan $\text{M}^{III} = \text{Al}^{3+}, \text{Cr}^{3+}, \text{Fe}^{3+}, \text{Co}^{3+}$). Kristal krom alum memiliki morfologi oktahedron dan berwarna ungu, hasil yang sama akan diperoleh bila ion kalium diganti dengan ion natrium atau amonium. Krom alum banyak digunakan di industri, antara lain: tekstil, fotografi, dan keramik (sebagai zat warna).



Gambar 1.1 Struktur oktahedron senyawa alum

Kebanyakan reaksi kimia menghasilkan padatan dalam bentuk serbuk atau polikristalin, sementara kristal tunggal lebih sukar untuk diperoleh. Padatan serbuk/ polikristalin dapat diubah menjadi kristal tunggal dengan beberapa teknik kristalisasi. Pada umumnya, prinsip teknik kristalisasi adalah menyediakan area terbatas untuk kristal tumbuh, diikuti dengan mengontrol proses pertumbuhan kristal (seperti: suhu tetap, dan dibiarkan pada tempat tertentu).

Teknik kristalisasi yang akan digunakan dalam percobaan ini adalah teknik “*liquid diffusion*” (difusi larutan) dan “*vapor diffusion*” (difusi uap), yang masing-masing ditunjukkan pada gambar 1.2 dan 1.3. Prinsip teknik kristalisasi difusi larutan adalah dua pelarut tidak saling bercampur satu sama lain dan kristal yang akan diisolasi memiliki kelarutan yang rendah di salah satu pelarut tersebut.

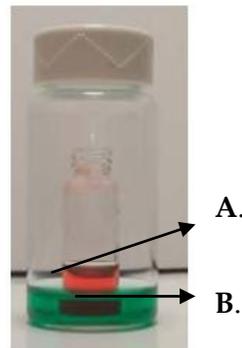


Gambar 1.2 Teknik difusi larutan

Keterangan:

(i) larutan sampel yang akan dikristalisasi **A**, (ii)-(iii) penambahan pelarut lain **B**, (iv)-(v) tabung ditutup dan campuran dibiarkan sampai terbentuknya kristal. Kristal akan terbentuk di antarmuka larutan **A** dan **B**

Pada teknik difusi uap, Larutan **A** yang mengandung padatan yang akan dikristalisasi disimpan di dalam wadah yang lebih kecil, dan kemudian disimpan dalam wadah lebih besar berisi pelarut lain **B** (dimana kristal yang akan diisolasi memiliki kelarutan yang rendah dalam pelarut tersebut). Uap pelarut **B** berdifusi ke dalam larutan **A**, yang kemudian kristal mulai tumbuh. Umumnya, pelarut **B** memiliki titik didih yang lebih rendah dari pada larutan **A**.



Gambar 1.3 Teknik difusi uap.

Adapun tujuan percobaan adalah (i) melakukan sintesis garam rangkap krom alum serta memahami reaksi kimia yang terjadi dalam sintesis tersebut, dan (ii) melakukan teknik rekristalisasi serta memahami prinsip teknik kristalisasi difusi larutan dan uap.

BAHAN KIMIA & PERALATAN

Bahan kimia yang diperlukan dalam percobaan ini meliputi: kalium dikromat ($K_2Cr_2O_7$), asam sulfat pekat (H_2SO_4 , 98 %), campuran metanol-etanol (1:19), etanol 95 %, natrium hidroksida 0,1 M (NaOH), barium klorida 0,1 M ($BaCl_2$), asam sulfat 0,1 M (H_2SO_4), es, kertas saring

Peralatan yang diperlukan dalam percobaan ini meliputi: gelas kimia 50 mL, gelas ukur 25 mL, spatula, pipet tetes, kaca arloji, termometer ($\sim 100\text{ }^\circ\text{C}$ - $110\text{ }^\circ\text{C}$), pemanas listrik dan pengaduk magnetik, batang pengaduk magnetik, corong penyaring, prop karet, tabung reaksi.

CARA KERJA

Bagian I: Penyiapan Larutan

Buat larutan:

Campuran methanol-etanol (1:19), NaOH, 0,1 M, $BaCl_2$, 2 M, $BaCl_2$, 0,1 M, H_2SO_4 , 0,1 M

Bagian II: SINTESIS

Lakukan tahap-tahap pengerjaan dibawah ini dengan baik dan catat semua hasil pengamatan.

- Timbang 2 g kalium dikromat, kemudian siapkan 15 mL air panas.
- Masukkan padatan kalium dikromat dalam gelas kimia 50 mL, kemudian larutkan dengan air panas sambil diaduk perlahan-perlahan.
- Setelah seluruh padatan kalium dikromat larut dalam air, dinginkan larutan kalium dikromat sampai suhu sama dengan suhu ruang.
- Letakkan gelas kimia yang berisi larutan kalium dikromat di atas penangas es, kemudian tambahkan tetes demi tetes larutan asam sulfat pekat sebanyak 2 mL. Amati perubahan warna larutan yang terjadi dan ukur perubahan suhu larutan pada saat penambahan asam sulfat pekat.
- Bila suhu larutan di atas $60\text{ }^\circ\text{C}$, dinginkan sampai suhu larutan sama dengan suhu ruang dan kemudian simpan kembali diatas penangas es.

- f. Tambahkan tetes demi tetes larutan etanol-metanol sebanyak 4 mL, kemudian tutup gelas kimia dengan kaca arloji atau aluminium foil. Amati perubahan warna larutan yang terjadi.
- g. Diamkan larutan tersebut sampai terbentuknya endapan. Amati warna endapan yang diperoleh.
- h. Isolasi endapan yang diperoleh dengan menggunakan corong saring/ Buchner. Cuci endapan dengan sedikit air dan kemudian dengan etanol (volume total ~ 3-5 mL).
- i. Keringkan kristal yang diperoleh dan kemudian ditimbang.

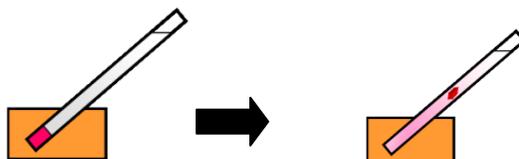
Bagian III: KRISTALISASI

Metoda difusi uap

- a. Timbang ~0,05 g padatan krom alum hasil sintesis, kemudian larutkan dengan 3 mL aquadest dalam botol reagen kecil. Pastikan seluruh padatan tersebut larut dalam air.
- b. Masukkan kedalam botol reagen lainnya yang berisi larutan etanol (~ 8-10 mL) seperti yang ditunjukkan pada gambar 1.2.
- c. Tutup botol reagen tersebut, diamkan sampai terbentuknya kristal tunggal..
- d. Setelah kristal dihasilkan, saring dan keringkan. Catat bentuk dan warna kristal, serta waktu yang diperlukan untuk menghasilkan kristal tersebut.

Metoda difusi larutan

- a. Timbang ~0,05 g padatan krom alum hasil sintesis, kemudian larutkan dengan 3 mL aquadest dalam tabung reaksi. Pastikan seluruh padatan tersebut larut dalam air.
- b. Tabung reaksi dijepit menggunakan klep pada tiang besi dan tabung reaksi dimiringkan ~ 50-60°, seperti gambar dibawah ini. Kemudian tambahkan etanol (~ 8-10 mL) atau pelarut organik lainnya (aseton, kloroform, atau metanol).



- c. Kemudian tabung reaksi ditutup dengan menggunakan aluminium foil, pastikan tabung reaksi tertutup dengan baik agar pelarut dalam tabung tidak menguap dengan cepat.
- d. Setelah kristal dihasilkan, saring dan keringkan. Catat bentuk dan warna kristal, serta waktu yang diperlukan untuk menghasilkan kristal tersebut.

Bagian IV: ANALISIS KUALITATIF

Larutkan ~ 0,05 gr krom alum hasil sintesis dalam 4 mL aquadest. Bagi larutan tersebut ke dalam 4 tabung reaksi dan digunakan untuk analisis kualitatif berikut.

1. Tabung 1:
 - a. Teteskan ~ 5-10 tetes larutan NaOH (0,1 M) , kemudian amati perubahan yang terjadi.
 - b. Teteskan ~ 5-10 tetes larutan H₂SO₄ (0,1 M) kedalam larutan di atas (a). Amati perubahan yang terjadi.
2. Tabung 2:

Teteskan ~ 5-10 tetes larutan BaCl₂ (0,1 M) dan ~ 5-10 tetes larutan HCl (0,1 M). Amati perubahan yang terjadi.
3. Tabung 3:

Panaskan larutan sampai warna larutan menjadi lebih pekat, dan kemudian diamkan beberapa menit. Amati perubahan yang terjadi.
4. Tabung 4:

Panaskan larutan sampai mendidih, tambahkan BaCl₂ (2 M) berlebih, kemudian saring campuran tersebut dan filtratnya didiamkan beberapa menit. Amati perubahan yang terjadi.

TUGAS PENDAHULUAN

1. Tuliskan prinsip proses rekristalisasi.
2. Tuliskan syarat pemilihan pelarut untuk rekristalisasi.
3. Tuliskan 4 teknik rekristalisasi.
4. Tuliskan semua persamaan reaksi untuk uji kualitatif sampel krom alum (cara kerja bagian IV).

DAFTAR PUSTAKA

1. <http://www.alevelchemistry.co.uk>
2. Staples, R.J., "Getting Crystals Your Crystallographer Will Treasure", Center for Crystallographic Research, Departement of Chemistry, Michigan State University.

Modul 3

Sintesis Urea-Hidrogen Peroksida

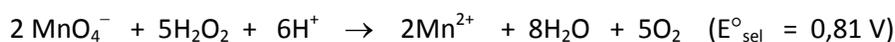
PENDAHULUAN

Hidrogen peroksida, H_2O_2 , dapat mengoksidasi atau mereduksi berbagai macam senyawa anorganik maupun senyawa organik pada kondisi reaksi tertentu. Sebagai contoh, H_2O_2 dapat mengoksidasi ion Fe^{2+} menjadi Fe^{3+} , ion SO_3^{2-} menjadi SO_4^{2-} dalam suasana asam. Sementara, KMnO_4 direduksi menjadi Mn^{2+} oleh H_2O_2 pada kondisi asam. Hidrogen peroksida banyak digunakan dalam berbagai industri kimia. Hidrogen peroksida merupakan bahan kimia yang ramah lingkungan, karena H_2O_2 mudah terdekomposisi menjadi H_2O dan gas O_2 secara spontan dalam larutan.



Salah satu cara untuk menstabilkan H_2O_2 adalah mereaksikan H_2O_2 dengan urea, yang akan menghasilkan padatan urea-hidrogen peroksida (UHP) yang relatif lebih stabil dibandingkan larutan H_2O_2 . Padatan UHP terbentuk dengan adanya ikatan hidrogen antara urea dan H_2O_2 . Reaksi pembuatan padatan UHP relatif mudah dan murah, serta kemampuan sebagai oksidator mirip dengan H_2O_2 . Dalam percobaan ini akan dilakukan sintesis padatan UHP.

Kadar H_2O_2 dalam sampel UHP hasil sintesis dapat ditentukan dengan menggunakan metoda titrasi permanganometri. Hidrogen peroksida mereduksi KMnO_4 menjadi Mn^{2+} dalam suasana asam, dengan persamaan reaksi sebagai berikut:



Berdasarkan perbandingan mol antara KMnO_4 dan H_2O_2 pada persamaan reaksi di atas, kadar H_2O_2 dalam sampel padatan UHP dapat ditentukan. Dalam titrasi, larutan KMnO_4 digunakan sebagai titran. Perubahan warna larutan yang diamati pada titik ekuivalen adalah dari tidak berwarna menjadi merah muda, yang menandakan bahwa MnO_4^- tereduksi menjadi Mn^{2+} . Tujuan percobaan ini adalah melakukan sintesis kristal urea-hidrogen peroksida (UHP), melakukan analisis kualitatif, serta analisa kuantitatif kadar H_2O_2 dalam UHP hasil sintesis dengan metoda titrasi permanganometri.

BAHAN KIMIA & PERALATAN

Bahan kimia yang diperlukan dalam percobaan ini meliputi: hidrogen peroksida (H_2O_2) 30 %, mangan dioksida (MnO_2), urea (CON_2H_4) larutan standar KMnO_4 , 0,02 M.

Peralatan yang diperlukan dalam percobaan ini meliputi: gelas kimia, 100 mL, buret, 25 mL, labu takar 100 mL, pipet seukuran 10 mL, pipet tetes, filer, termometer.

CARA KERJA

Bagian 1: Sintesis urea-hidrogen peroksida (UHP).

- a. Larutan H_2O_2 30 % sebanyak 3,4 mL dipipet dengan menggunakan pipet seukuran, kemudian larutan tersebut pindahkan ke dalam labu Erlenmeyer 10 mL.

- b. Padatan urea ditimbang sebanyak 1,2 g, kemudian dimasukkan ke dalam larutan H_2O_2 dan diaduk sampai padatan urea larut seluruhnya.
- c. Gelas kimia 250 mL diisi dengan air kran sebanyak 150-200 mL dan dipanaskan sampai suhu 60°C . Air tersebut akan digunakan sebagai penangas air.
- d. Erlenmeyer yang berisi campuran H_2O_2 dan urea dicelupkan ke dalam penangas air di atas, leher labu Erlenmeyer dijepit dengan klep. Kemudian, larutan tersebut dipanaskan untuk beberapa menit sampai larutan menjadi jernih. Perhatikan: jangan sampai air penangas masuk ke dalam labu Erlenmeyer.
- e. Setelah larutan menjadi jernih, larutan pindahkan pada kaca arloji agar pelarut dapat menguap secara perlahan-lahan sampai adanya kristal yang berbentuk jarum.
- f. Setelah proses kristalisasi selesai, kristal tersebut diletakkan pada kertas saring dan dikeringkan. Setelah kering, kristal hasil ditimbang.
- g. Amati bentuk kristal UHP hasil sintesis dengan menggunakan mikroskop, kemudian deskriptifkan bentuk kristalnya.

Bagian 2: Analisis kualitatif

Sebagian kristal hasil sintesis tersebut ditimbang sebanyak 0,1 g dan dimasukkan ke dalam tabung reaksi dan dilarutkan dengan 2-3 mL air. Sedikit padatan MnO_2 dimasukkan ke dalam tabung reaksi tersebut dan amati gelembung gas O_2 yang terbentuk.

Bagian 3: Analisis Kuantitatif

- a. Siapkan set alat untuk titrasi (buret, klep, statip) dan pasang dengan baik. Buret diisi dengan larutan standar KMnO_4 0,02 M.
- b. Padatan UHP hasil sintesis ditimbang sebanyak 0,62 g dengan teliti, kemudian padatan UHP tersebut dimasukkan ke dalam gelas kimia 100 mL dan dilarutkan dengan 50 mL aqua dm. Kemudian tambahkan 5 mL H_2SO_4 2 M ke dalam larutan tersebut.
- c. Larutan tersebut dipindahkan ke dalam labu takar 100 mL dan diencerkan dengan air sampai tanda batas. Larutan tersebut dipipet sebanyak 10 mL dan dipindahkan ke labu Erlenmeyer 50 mL, kemudian dititrasi dengan larutan standar KMnO_4 0,02 M sampai warna larutan menjadi merah muda.
- d. Hal yang sama seperti tahap (ii)-(iii), untuk larutan blanko. Larutan blanko: 10 mL aqua dm dipipet dan dipindahkan ke labu Erlenmeyer 50 mL, kemudian dititrasi dengan larutan standar KMnO_4 0,02 M. Catatan volume KMnO_4 yang digunakan untuk titrasi tersebut.
- e. Titrasi larutan UHP dan larutan blanko dilakukan sebanyak minimum 2 kali.

TUGAS PENDAHULUAN

1. Tuliskan reaksi dekomposisi H_2O_2 .
2. Apa saja yang dapat menyebabkan H_2O_2 terdekomposisi?
3. Apa kelebihan peroksida dalam bentuk padatan UHP dibandingkan dalam bentuk cairan?
4. Hitung secara teoritis volume KMnO_4 yang diperlukan untuk menentukan kadar H_2O_2 dalam sampel UHP, sesuai prosedur kerja di atas.
5. Tuliskan persamaan reaksi uji kualitatif UHP, pada cara kerja bagian 2 di atas.

DAFTAR PUSTAKA

Preparatory 42nd International Chemistry Olympiad 2010

PENDAHULUAN

Alumina oksida, Al_2O_3 , dijumpai dalam 2 bentuk yaitu γ - Al_2O_3 (*activated alumina*) dan α - Al_2O_3 (*corundum*). Sintesis Al_2O_3 umumnya dilakukan melalui pembentukan $\text{Al}(\text{OH})_3$ yang dipanaskan pada temperatur tertentu. Pemanasan pada temperatur 500-900 °C terbentuk γ - Al_2O_3 , sementara pada 1100-1200 °C terbentuk α - Al_2O_3 . Al_2O_3 merupakan material oksida yang memiliki ketahanan termal pada temperatur tinggi, tahan terhadap tekanan tinggi, serta luas permukaan yang tinggi. Alumina digunakan sebagai material penyangga katalis.

Metoda sol-gel merupakan salah satu teknik sintesis yang umum digunakan untuk sintesis alumina. Pada tahap awal sintesis, ion-ion Al^{3+} dalam larutan mengalami hidrolisis membentuk spesi aluminium terhidrolisis dan membentuk sistem sol. Setelah sistem sol didiamkan dalam waktu tertentu, sistem sol berubah menjadi sistem gel yang mengandung spesi $\text{Al}(\text{OH})_3$ atau $\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$. Dengan pemanasan pada temperatur relatif rendah (< 450 °C), $\text{Al}(\text{OH})_3$ berubah menjadi γ - Al_2O_3 . Tujuan percobaan ini adalah mensintesis γ -alumina dengan metoda sol-gel. Mahasiswa diharapkan memahami reaksi yang terjadi selama proses sintesis berlangsung. Produk sintesis dikarakterisasi dengan difraksi sinar-X guna mengetahui apakah γ -alumina telah berhasil ataukah tidak disintesis.

BAHAN KIMIA & PERALATAN

Bahan kimia yang diperlukan dalam percobaan ini meliputi: aluminium nitrat nonahidrat ($\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$), NH_3 , aqua dm, kertas pH

Peralatan yang diperlukan dalam percobaan ini meliputi: timbangan, spatula, gelas kimia 100 mL, gelas ukur 25 mL, pemanas listrik & pengaduk magnetik (*hot plate & stirrer*), batang pengaduk magnet, oven.

CARA KERJA

- Nyalakan tungku dan atur suhunya pada 500 °C
- Padatan $\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ sebanyak 7 g dilarutkan dengan 20 mL aqua dm H_2O dalam gelas kimia. Larutan diaduk perlahan-lahan dengan batang pengaduk magnetik agar padatan $\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ larutan seluruhnya.
- Larutan NH_3 pekat ditambahkan sedikit demi sedikit dan sambil diaduk. Penambahan larutan NH_3 sampai pH larutan menjadi 10-12. (*pH larutan dicek pertama kali dengan kertas lakmus merah, bila kertas lakmus merah sudah berubah menjadi biru, baru dicek dengan kertas pH*).
- Setelah pH larutan menjadi 10-12, larutan dipanaskan menggunakan hotplate pada temperatur 80 °C selama ~ 30-45 menit sampai terbentuk sistem sol dan kemudian gel yang transparan.
- Gel yang terbentuk dipindahkan ke dalam cawan, kemudian dikeringkan dalam tungku suhu 500 °C selama 30 menit.
- Alumina hasil sintesis tersebut dikarakterisasi dengan difraksi sinar-X (lihat modul 6)

TUGAS PENDAHULUAN

1. Jelaskan prinsip metoda sol-gel.
2. Apa tujuan sintesis γ - Al_2O_3 dengan menggunakan metoda sol-gel?
3. Tuliskan persamaan reaksi untuk tahap (b) dan (c) pada bagian cara kerja?
4. Apa tujuan pemanasan gel pada suhu 500 °C?

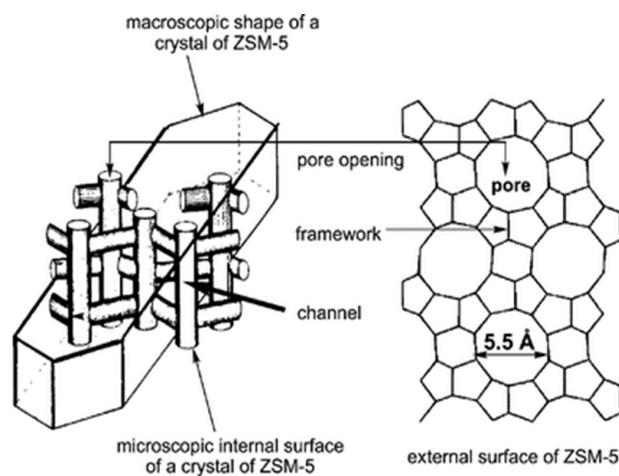
DAFTAR PUSTAKA

1. Housecroft, C.E., Sharpe, A.G.(2005), Inorganic Chemistry, 2nd ed., chapter 13, 316.
2. Macêdo, M.I.F, Osawa, C.C, Bertran, C.A. (2004), Sol-Gel Synthesis of Transparent Alumina Gel and Pure Gamma Alumina by Urea Hydrolysis of Aluminum Nitrate, *Journal of Sol-Gel Science and Technology* 30, 135–140.

PENDAHULUAN

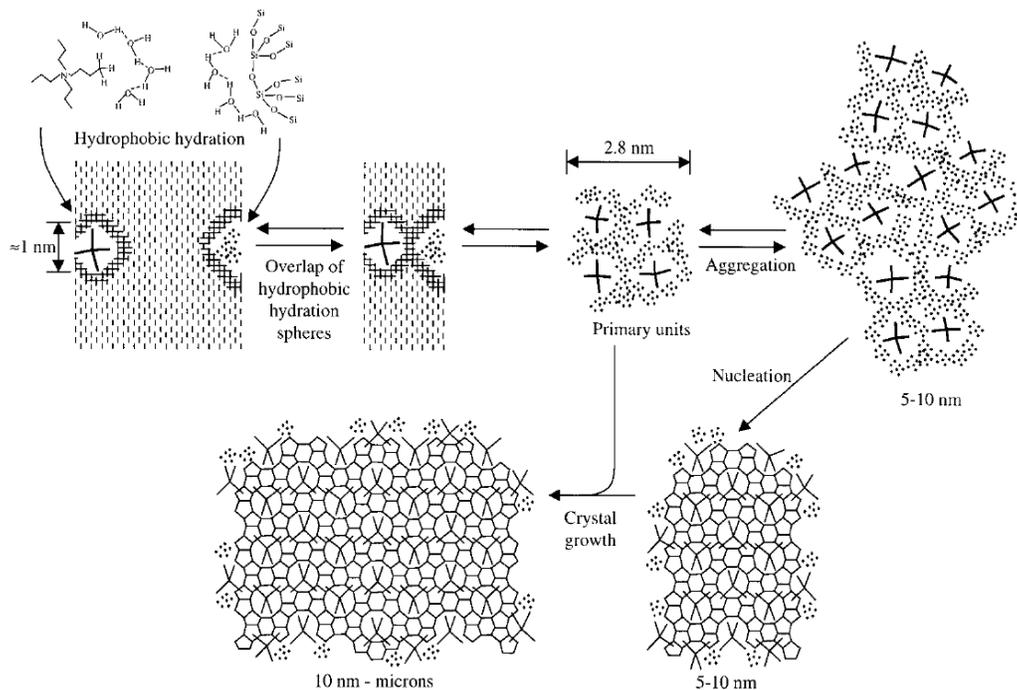
Zeolit merupakan material aluminosilikat kristalin bermikropori (kurang dari 2 nm), tersusun dari unit tetrahedral SiO_4 dan AlO_4 yang saling berhubungan satu sama lain. Struktur zeolit terdiri dari kerangka aluminosilikat dengan net muatan negatif, serta kation penyeimbang yang dapat dipertukarkan (*exchangeable cation*). Sampai saat ini telah ditemukan lebih dari 200 jenis zeolit, baik zeolit alam maupun zeolit sintetik, dengan struktur serta ukuran pori yang berbeda satu sama lain. Diantara sekian banyak jenis zeolite tersebut, ZSM-5 merupakan salah satu jenis zeolit yang paling banyak digunakan dalam dunia industri, khususnya industri perminyakan, sebagai bagian dari katalis FCC (*fluid catalytic cracking*)[1].

ZSM-5 merupakan zeolit berkadar silika tinggi ($\text{Si}/\text{Al} > 10$) dengan rumus empiris $[\text{Na}_n^+(\text{H}_2\text{O})_{16}] [\text{Si}_{96-n}\text{Al}_n\text{O}_{192}]$. ZSM-5 memiliki dua jenis pori yang saling silang. Pori yang pertama memiliki dimensi $5,1 \times 5,5 \text{ \AA}$, membentuk suatu saluran lurus (*straight channel*) yang paralel dengan arah sumbu b . Sedangkan, pori yang kedua memiliki dimensi $5,3 \times 5,6 \text{ \AA}$, membentuk suatu saluran sinusoidal atau zig-zag (*sinusoidal channel*) yang paralel dengan sumbu a (Gambar 1). Struktur dari unit sel kristal ZSM-5 adalah ortorombik ($a = 20,1; b = 19,7; c = 13,1 \text{ \AA}$) dengan simetri $Pnma$ [2].



Gambar 1. Struktur pori ZSM-5.

Sintesis ZSM-5 dilakukan secara hidrotermal menggunakan prekursor silika dan alumina yang umumnya berada dalam fasa amorf. Pada umumnya, dalam sintesis ZSM-5 diperlukan suatu pengarah struktur, yaitu ion TPA^+ (tetrapropilamonium) [3]. Mekanisme peran TPA^+ dalam kristalisasi ZSM-5 ditunjukkan oleh Gambar 2. Selain itu, ZSM-5 dapat juga disintesis dengan bantuan benih kristal ZSM-5 itu sendiri. Dalam campuran sintesis ZSM-5, ditambahkan kristal ZSM-5 untuk memicu terjadinya nukleasi yang diikuti oleh kristalisasi prekursor silika dan alumina menjadi fasa ZSM-5 kristalin [4].



Gambar 2. Mekanisme pembentukan ZSM-5 dengan bantuan TPA⁺.

Tujuan percobaan ini adalah mensintesis zeolit ZSM-5 secara hidrotermal dengan bantuan benih kristal.

BAHAN KIMIA & PERALATAN

Bahan kimia yang diperlukan dalam percobaan ini meliputi: NaOH, NaAlO₂, H₂O destilasi, Na₂SiO₃, kertas saring

Peralatan yang diperlukan dalam percobaan ini meliputi: autoklaf, botol poli propilen, pemanas listrik dan pengaduk magnetik, batang pengaduk magnetik, cawan penguap, corong Buchner, pipet tetes, gelas kimia 25 mL.

CARA KERJA

- Nyalakan oven, kemudian set suhunya pada 150 °C.
- Sebanyak 0,4 g NaOH dan 0,1 gr NaAlO₂ dilarutkan dalam 15 mL akuademin dalam botol polipropilen (PP).
- Setelah itu, 0,3 g benih ZSM-5 ditambahkan kedalam larutan sebelumnya dan dilanjutkan dengan pengadukan sekitar 20 menit.
- Tambahkan 10 g Na₂SiO₃ teknis dan dilanjutkan dengan pengadukan selama 30 menit sampai terbentuk gel yang homogen.
- Campuran dipindahkan kedalam wadah Teflon dan disegel menggunakan autoklaf.
- Autoklaf yang berisi campuran sintesis ZSM-5 dipanaskan dalam oven dengan suhu 150 °C selama 24 jam.
- ZSM-5 hasil sintesis dikarakterisasi menggunakan difraksi sinar-X

TUGAS PENDAHULUAN

- Apa itu zeolit ZSM-5?
- Berapa perbandingan Si/Al pada zeolit ZSM-5 yang akan disintesis?
- Apa tujuan penambahan benih ZSM-5 dalam tahap sintesis di atas?

DAFTAR PUSTAKA

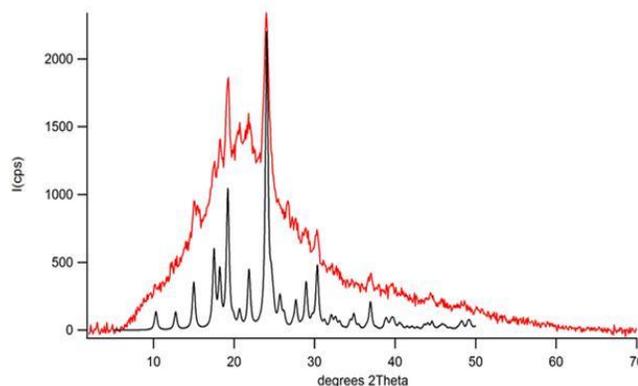
1. G. T. M. Kadja et al, *Adv. Mater. Res.*, 2015, 1112, 201.
2. Xu, R., Pang, W., Yu, J., Huo, Q., dan Chen, J., (2007): *Chemistry of zeolites and related porous materials*, Wiley-VCH, Weinheim.
3. P. -P. E. A de Moor et al, *Chem. Eur. J.*, 1995, 7, 2083.
4. K. Iyoki et al, *Microporous Mesoporous Mater.*, 2014, 189, 22.

PENDAHULUAN

Metode difraksi sinar-X digunakan untuk menganalisis suatu kristal baik kualitatif maupun kuantitatif. Analisis kualitatif yaitu dengan cara mencocokkan pola difraksi yang diperoleh dengan database yang ada atau dengan referensi dari penelitian sebelumnya. Database kristal dapat diperoleh dari ICSD (*Inorganic Crystal Structure Database*). Setiap jenis zeolit memiliki pola difraksi yang khas, sehingga digunakan untuk mengidentifikasi jenis zeolit yang dihasilkan. Parameter-parameter dalam sintesis zeolit seperti jumlah template organik, rasio air/Si, rasio NaOH/Si, suhu, dan waktu akan sangat mempengaruhi derajat kristalinitas atau persen kristalinitas zeolit yang dihasilkan.¹

Perhitungan derajat atau persen kristalinitas umumnya dilakukan dengan cara membandingkan luas daerah kristalin yang berbentuk lancip dengan luas total (luas kristalin+luas amorf) yang terdapat pada pola difraksi sinar-X. Perbedaan pola difraksi material kristalin dan material campuran kristalin amorf ditunjukkan pada Gambar 1. Perhitungan derajat atau persen kristalinitas adalah sebagai berikut:

$$\% \text{Kristalinitas} = \frac{\text{Luas daerah kristalin}}{\text{Luas total}} \times 100\%$$



Gambar 5.1 Contoh pola difraksi material kristalin (bawah) dan pola difraksi material campuran kristalin-amorf

Alumina memiliki bermacam- macam struktur fasa seperti fasa kubik γ dan η , fasa monoclinik θ , fasa heksagonal χ , fasa ortorombik κ , dan fasa δ yang bisa berupa tetragonal atau ortorombik. Penentuan struktur dari alumina yang dihasilkan dapat dilakukan dengan cara mencocokkan pola difraksi dengan database atau referensi lain. Disamping analisa struktur, data pola difraksi sinar-X dapat digunakan untuk analisa ukuran diameter rata-rata butiran senyawa oksida. Perhitungan diameter butiran menggunakan persamaan Scherrer sebagai berikut:

$$B(2\theta) = \frac{K\lambda}{L \cos \theta}$$

Dimana, B merupakan ukuran kristalit dalam nanometer, K merupakan tetapan Scherrer, λ merupakan panjang gelombang sinar X dalam nm, L merupakan Lebar setengah puncak maksimum (*Full Width at Half Maximum, FWHM*) dalam rad, dan θ merupakan sudut Bragg. Tetapan Scherrer (K) bergantung

pada bagaimana lebar puncak itu terbentuk, bentuk kristal, dan distribusi ukurannya. Harga K yang umum digunakan adalah 0,94 untuk FWHM kristal yang berbentuk bola dengan simetri kubus [2]. Berdasarkan persamaan ini, ukuran diameter butiran berbanding terbalik dengan lebar setengah puncak. Lebar setengah puncak tidak hanya dipengaruhi oleh ukuran butiran, tetapi juga oleh profil instrumen, *microstrain*, ketidak homogenan sampel padatan dan suhu. Pelebaran puncak akibat ukuran butiran dapat dilihat pada nilai sudut 2θ yang besar. Namun demikian, pada sudut tersebut kontribusi *microstrain* dan profil instrumen berdampak jelas pula. Oleh karena itu, disarankan menggunakan sudut 2θ di rentang $30-50^\circ$.³Tujuan percobaan ini meliputi: (i) menganalisis struktur zeolit dan alumina hasil sintesis, (ii) menghitung derajat atau persen kristalinitas rata-rata untuk sampel $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$, Al_2O_3 dan Zeolit ZSM-5 hasil sintesis.

CARA KERJA

Penyiapan sampel

Sampel yang akan dianalisa XRD pastikan telah kering, kemudian dihaluskan menggunakan lumpang alu. Untuk analisa XRD diperlukan sampel sebanyak 3-5 gram.

Pengolahan Data

- a. Data hasil analisis XRD disimpan dalam file “.xy” yang dapat diolah menggunakan software grafik seperti origin ataupun microsoft excel.
- b. Pola difraksi yang diperoleh dibandingkan dengan data literatur/database yang ada (yang telah dicari sebelumnya)
- c. Berdasarkan hasil perbandingan pola difraksi tersebut lakukan : (i) analisa apakah senyawa yang disintesis sudah berhasil ataukah tidak?, dan (ii) analisa apakah adanya puncak perngotor?
- d. Spektrum XRD sampel zeolit dianalisa untuk menentukan derajat atau persen kristalinitas menggunakan bantuan software seperti origin, dengan langkah-langkah sebagai berikut:
 - (i) Langkah 1, hitung luas total pola difraksi dari zeolit yang dihasilkan dengan menggunakan baseline y paling minimum.
 - (ii) Langkah 2, hitung luas daerah kristalin dengan menggunakan baseline “*user defined*” dengan kata lain baseline diatur sendiri sesuai dengan profil bagian amorf.
- e. Spektrum XRD alumina dianalisa untuk menentukan ukuran diameter rata-rata butiran dengan menggunakan persamaan Scherrer. Adapun langkah-langkah yang harus dilakukan sebagai berikut:
 - (i) Langkah 1, gunakan fitur “peak analyzer” pada software origin untuk menghitung nilai FWHM pada sudut tertentu.
 - (ii) Langkah 2, pilih “none” untuk baseline saat perhitungan.
 - (iii) Langkah 3, centang hanya “FWHM”, dengan kata lain hanya FWHM yang akan dihitung.
 - (iv) Langkah 4, setelah FWHM diperoleh masukkan ke dalam persamaan Scherrer.

DAFTAR PUSTAKA

1. Li, W. B., Pan, H. F., Huang, W. L., Wang, Z. L. and Yuan, Z. F. Study on crystallinity of zeolite beta synthesized by hydrothermal method. *Huagong Xiandai/Modern Chemical Industry*, 22, 8 2002), 30-32.
2. P., S. Bestimmung der Grosse und der inneren Struktur von Kolloid teilchen mittels Rontgenstrahlen. *Nachr. Ges. Wiss. Gottingen*, 261918), 98-100.
3. Langford, J. I. and Wilson, A. J. C. Scherrer after Sixty Years: A Survey and Some New Results in the Determination of Crystallite Size. *J. Appl. Cryst.*, 111978), 102-113.