



PEMBUATAN PARTIKEL NANO Fe_2O_3 DENGAN ULTRASONIK – MILLING

Suhendi¹, Jaim², Dedi Suryaman³

Program Studi Teknik Mesin, Universitas Pamulang, Jl. Surya Kencana No.1, Tangerang Selatan, Indonesia

E-mail : dosen02001@unpam.ac.id¹, dosen00892@unpam.ac.id², dosen00313@unpam.ac.id³

Masuk : 16 Desember 2021

Direvisi : 22 Desember 2021

Disetujui : 05 Januari 2022

Abstrak: Nano sains dan nano teknologi memiliki peran yang sangat strategis dalam perkembangan berbagai produk industry dewasa ini, mulai dari produk kendaraan, manufaktur, bangunan, telekomunikasi, farmasi dan medis, kosmetik, tekstil, perangkat elektronika dan opto elektronika, pembangkit dan perangkat konversi energi, packaging makanan dan minuman, hingga pada berbagai produk agrikultur, kehutanan, dan perikanan. Dalam nano teknologi diperlukan material berorde nanometer (1-100 nm) yang diistilahkan dengan nanomaterial. Banyak metode yang digunakan untuk membentuk nano partikel, antara lain dengan penggilingan mekanis ball-mill. Saat ini telah dikembangkan cara alternatif yang lebih efektif dan efisien yakni dengan memanfaatkan peristiwa kavitasi akustik panjang rambatan gelombang ultrasonik didalam cairan dengan intensitas tinggi. Metode ini disebut dengan ultrasonic-milling, metode ini sangat efektif dalam mengolah logam seperti oksidasi logam dan keramik yang memiliki ukuran micrometer sampai nanometer. Dari hasil logam material serbuk menggunakan ultrasonik milling, sonikasi mempekecil ukuran menjadi 126,7 nm dan mengalami pengecilan hingga 94,8 nm dan 80,9 nm setelah diproses sonikasi dalam waktu 60 dan 120 menit. Oleh karena itu partikel dengan ukuran kurang dari 100 nm dapat dihasilkan dalam waktu diatas 60 menit setelah proses sonikasi pada material uji Fe_2O_3 hasil milling PBM selama 40 jam.

Kata kunci: nano partikel, ultrasonic, horn, kompaksi, sintering.

Abstract: Nano science and nanotechnology have a very strategic role in the development of various industrial products today, ranging from vehicle products, manufacturing, buildings, telecommunications, pharmaceuticals and medical, cosmetics, textiles, electronic and opto-electronic devices, energy conversion generators and devices, packaging, food and beverages, to various agricultural, forestry, and fishery products. In nanotechnology, materials of the order of nanometers (1-100 nm) are needed, which are termed nano materials. One of the most widely used ways is used to make A ball-mill is used to mechanically mill nanoparticles. a fairly novel technique Recenity, a fairly novel technique has been developed that utilizes acoustic cavitation events due to the propagation of high-intensity ultrasonic waves in liquids. This method, known as ultrasonic-milling, is suitable for processing materials such as metal oxides and ceramics that are micrometer to nanometer in size. From the results of the manufacture of powder materials using ultrasonic milling, the sonication decreases to 126.7 nm and continues to shrink again to 126.7 nm. 94.8 nm and 80.9 nm after being sonicated for 60 and 120 minutes, respectively. Thus, particles measuring less than 100 nm were successfully obtained after sonication of more than 60 minutes on the Fe_2O_3 sample from PBM mulling for 40 hours.

Keywords: nano partikel, ultrasonic, horn, kompaksi, sintering.

PENDAHULUAN

Nano sains dan nanoteknologi memiliki peran yang sangat strategis dalam perkembangan berbagai produk industry dewasa ini, mulai dari produk kendaraan, manufaktur, bangunan, telekomunikasi, farmasi dan medis, kosmetik, tekstil, perangkat elektronika dan optoelektronika, pembangkit dan perangkat konversi energi, packaging makanan dan minuman, hingga pada berbagai produk agrikultur, kehutanan, dan perikanan (Nasrollahzadeh, dkk., 2019). Dalam nanoteknologi diperlukan material berorde nanometer (1-100nm) yang diistilahkan dengan nanomaterial. Rekayasa nanomaterial sangat penting dalam aplikasi nanoteknologi.

Dalam skala nanometer, material akan menunjukkan sifat-sifat fisika, kimia, maupun sifat biologi yang berbeda dibandingkan dengan material berukuran bulk. Rekayasa material dalam skala nanometer akan menghasilkan nanomaterial yang memiliki performa kinerja lebih sensitive dibandingkan material berukuran bulk karena luas permukaan spesifiknya semakin besar sehingga reaktivitas nanomaterial juga semakin tinggi. Para peneliti telah berhasil melakukan rekayasa nanomaterial, seperti rekayasa komposisi, bentuk, maupun morfologi. Rekayasa bentuk dan morfologi akan menghasilkan nanomaterial baru berupa nanomembran, nanopartikel, nanorod, nanosheet, nanodot, nanolayer, maupun nanofiber. Rekayasa bentuk dan morfologi nanomaterial juga mempengaruhi sifat-sifat yang dapat ditampilkan. Satu contoh adalah sifat optik nanomaterial seperti.

Sementara itu, rekayasa komposisi material akan menghasilkan berbagai jenis nanomaterial paduan (alloy) maupun nanokomposit. Memiliki cara memproses material dan menghasilkan nano partikel harus dimiliki sebagai standar dan landasan bagi sebuah penelitian di bidang teknologi nano. Kemampuan memproses bahan logam dengan ukuran nanometer untuk kepentingan industri dalam negeri menjadi nilai lebih bagi Indonesia, yang memiliki sumber daya alam melimpah. Sebagai contoh, setelah pemisahan proses produksi pasir besi terdapat limbah sampingan berupa silika dan alumina diperoleh. Logam ini dapat dimanfaatkan sebagai pembuatan beton dengan kualitas baik bila diolah menjadi partikel nano. Sebaliknya, bahan jenisnya yang dihasilkan oleh oksida besi berupa bahan magnetik yang bermanfaat sebagai bahan utama industri baja setelah pemurnian.

TINJAUAN PUSTAKA

Serbuk Metalurgi merupakan suatu benda yang dapat dimanfaatkan menjadi benda lain yang bernilai komersial dengan proses metalurgi serbuk, proses ini memanfaatkan tekanan disertai pemanasan dengan suhu dibawah titik didih bubuk partikel, dalam pemanasan ini dilakukan disertai penekanan disebut dengan istilah sinter.

Proses ini dapat menghaluskan partikel sehingga kekuatan dan karakter lainnya bisa ditingkatkan. Penambahan Grafit pada serbuk logam bantalan untuk meningkatkan kualitas bantalan. Sementara untuk meningkatkan tungsten, diperlukan penambahan kobalt dan jenis logam lainnya. Sehingga peningkatan partikel halus akan tercapai, dan akan meningkatkan kualitas serbuk-serbuk logam bantalan sehingga menghasilkan produk bantalan yang berkualitas.

Logam Serbuk umumnya memiliki karakter dan unsur kimia yang berbeda-beda, jenis serbuk logam yang berbeda memerlukan perlakuan dan proses produksi yang berbeda-beda pula. Seperti proses pembuatan serbuk magnesium.

Dengan memanfaatkan alat pemrosesan seperti proses penghancuran logam dengan penggilingan. Proses ini dapat diaplikasikan pada proses pembuatan pigmen dari bahan duktil sehingga menjadi serpihan partikel, setelah berbentuk serpih, serpihan ini umumnya ditambahkan minyak untuk mencegah penggumpalan. Shooting merupakan proses penuangan logam cair ke tempat berbentuk lubang yang didalamnya terdapat saringan (filter) lalu kemudian didinginkan dengan air yang ada didalamnya. Dalam proses ini dihasilkan bentuk partikel lonjong dan bulat. Selain itu ada pula proses penembakan material "shot" tetapi sering kali serbuk terhasikan tidak sesuai (*over size*) Sementara proses pengecilan serbuk (atom) dan penyemburan logam adalah salah satu cara terbaik untuk mendapatkan serbuk logam, namun pada unsur logam yang memiliki temperatur rendah menjadi perhatian khusus pada saat pembentukan oksidasi selama proses pengadukan

Proses pengendapan elektrolit (Elektrolit deposition) merupakan metode umum yang dilakukan pada proses pengolahan logam. Dalam pembuatan metal serbuk, di gunakan anoda berbentuk pelat baja didalam tempat yang mengandung elektrolit. Plate logam tahan karat dimanfaatkan untuk katoda dan ditempat ini kemudian endapan serbuk logam pada plate tersebut, alat ini berkerja menggunakan arus searah kemudian setelah dalam durasi 48 jam dihasilkan lumpur logam setebal 2 mm. Kemudian lumpur logam tersebut pada katoda dikeruk dan dikeluarkan dari tangki, logam yang amat getas ini kemudian dicuci dan filter, serbuk kemudian diambil untuk proses pelunakan. Saat tahapan logam

direduksi dengan memanfaatkan gas dibawah titik didih, untuk partikel besi umumnya menggunakan terak. Proses oksidasi ini dikombinasikan campuran serbuk kokas lalu kemudian di masukan kedalam area mesin peledur logam, posisi area penghujung pelepasan, paduan ini dididihkan dalam temperatur 1050 C°, halini mengakibatkan bereaksi dengan oksigen yang terdapat pada oksidasi besi, yang kemudian terciptalah gas yang akan dikeluarkan.

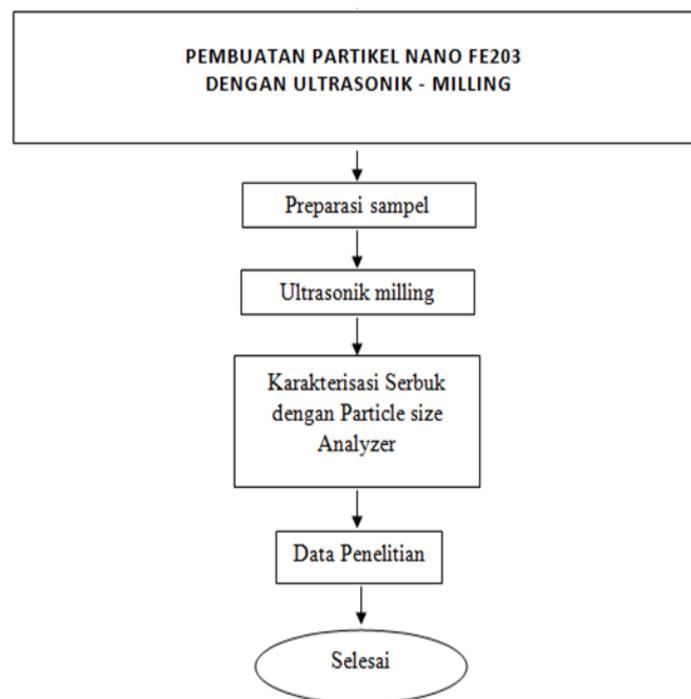
Kandungan logam yang tertinggal memiliki kadungan cukup murni yang bebentuk busa (gumpalan). Tahapan proses pembuatan serbuk logam diantaranya presipitasi, kodensasi, dengan proses kimiawi tengah dalam penyempurnaan untuk mendapatkan hasil terbaik.

METODOLOGI

3.1. Alat, Bahan dan Proses

Penggilingan ultrasonik adalah metode yang relatif baru untuk menghasilkan partikel nano dibandingkan dengan penggilingan mekanis, meskipun memiliki fenomena serupa. Metode ini memanfaatkan kavitas yang terjadi saat cairan didalamnya terdapat gelombang ultrasonik. Pendapat yang diambil dari Suslick dan Price [6] Jika ultrasonik sebagai sumber sumber memiliki intensitas tinggi ditempatkan dalam larutan, menyebabkan cairan mengalami pergerakan serta kavitas (penentuan, penumbuhan, dan gelembung) yang mengakibatkan kenaikan suhu hingga beberapa derajat celcius dan tekanan hingga pembentukan atmosfer dalam waktu yang singkat. Peristiwa ini terjadinya tabrakan antar partikel yang membuat perubahan bentuk morfologi, permukaan paduan dan aktivitas pada sistem yang terdiri dari cairan dan padatan (slurry). Tekanan di luar gelembung lebih besar dari pada tekanan di area dalam akan mebuat gelembung didalam (cavity) yang akan meledak.

3.2. Diagram alir penelitian



Gambar 2.1. Diagram alir penelitian

3.3. Pembentukan Serbuk

3.3.1. Proses Penekanan (Pressing)

Material dalam bentuk serbuk ditekan dalam die baja atau mesin cetak tekan. Material ini mendapatkan tekanan sebesar 20-1400 Mpa. Karena material serbuk memiliki karakter lunak dan memiliki sifat palstis sehingga material ini mudah dibentuk dan tidak memerlukan tekanan tinggi, sementara untuk material yang memiliki nilai kekerasan yang tinggi maka diperlukan penambahan tekanan yang lebih besar, hal ini akan menambah berat jenis dan kekerasan akan meningkat bila material serbuk ini mendapatkan tekanan yang lebih besar, namun saat proses tekan memiliki titik maksimal, hal ini disebabkan ketika material serbuk mendapatkan tekanan yang tinggi, maka dibutuhkan cetakan (*die*) baja yang memiliki kapasitas lebih tinggi, saat proses tekanan telah selesai, material serbuk dikeluarkan dari die baja menggunakan ejektor dari ruang cetak.

3.4. Proses Ball Milling

Proses Ball milling suatu proses manufakture dengan cara kerja melakukan tumbukan antara bola-bola penghancur dan dinding chamber yang diputar dan digerakan oleh mekanisme penggerak tertentu. Keunggulan dari *high energy milling* ini adalah mampu membuat partikel nano dalam dengan kapasitas cukup tinggi dengan waktu relatif singkat, selain itu, dengan metode ini bertujuan untuk menumbuhkan kristal padat tanpa melalui fasa evaporasi atau proses perlakuan kimiawi yang dilakukan pada proses sintesis umumnya (Sarimai, 2016). Salah satu factor penting yang berpengaruh dari hasil penggilingan adalah parameter mesin ball mill. Parameter ini sangat dominan kaitannya dalam menentukan besar ukuran serbuk yang dihasilkan, serta berdampak pada sifat fisik maupun kimia dari hasil penggilingan.

3.5. High Energy Milling

High Energy High Energy Milling (HEM) merupakan sebuah alat yang berfungsi sebagai proses mekanik skala kecil dalam laboratorium. Alat ini merupakan sebuah metode yang sederhana untuk menumbuhkan kristal padat (menjadikan ukuran butiran menjadi lebih kecil) tanpa melalui proses fasa vaforasi atau reaksi kimia, umumnya digunakan dalam proses pembuatan nano partikel. Mesin ini dirancang mampu membuat dan mengubah sampel uji yang memiliki karakter keras menjadi spesimen uji yang analitis dalam bentuk serbuk

3.6. Proses kompaksi

Kompaksi merupakan mesin atau alat pengolahan logam berbentuk serbuk yang dirancang untuk memampatkan serbuk dan memproduksi ikatan antar serbuk secara mekanik dengan memanfaatkan tekanan dari luar terhadap serbuk logam yang telah dimasukkan ke dalam cetakan dengan bentuk sesuai yang dirancang. Serbuk logam yang telah dikompaksi akan berbentuk sesuai cetakan itu sendiri, selain itu proses ini di gunakan untuk menghasilkan densitas yang lebih baik (*tinggi*).

Proses ini biasanya dilakukan pada penekanan satu arah atau dua arah, penekanan searah dilakukan dari atas kebawah, sementara penekanan dua arah saling menekan bersamaan.

Mesin ini memiliki berbagai cara tekan (*pressing*) antara lain : Penekanan dingin (*Cold Compaction*) dan penekanan panas (*Hot Compaction*). Cold Compaction adalah proses pemadatan serbuk logam dengan suhu ruang tekanan 100-900 Mpa dalam membuat green body

3.7. Proses Pemanasan (*sintering*)

Sintering merupakan sebuah proses yang dilakukan dalam pembentukan ikatan antar partikel serbuk logam selesai tahapan kompaksi, proses ini dikerjakan dengan cara pemberian panas atau menaikkan temperatur benda uji dengan suhu dibawah cair logam hingga terjadi perpindahan massa pada permukaan serbuk sehingga ikatan antar paduan terbentuk. Pada proses ini material serbuk mengalami perubahan kekuatan dan pengaruh elastisitas, konduktivitas, kekuatan patahan, kekerasan material, bentuk pori, struktur kristal serta komposisi kimia (Daulay, 2009). Untuk itu ukuran serbuk logam sangat berpengaruh dalam proses kompaksi sampel uji, bila dimensi serbuk logam kian kecil, maka area kontak antar butir semakin luas, sementara porositas kecil. Saat menaikkan waktu tahan sinter memberikan perubahan bagi sifat mekanik yang diikuti dengan kenaikan temperatur sinter tetapi tidak sebesar pengaruh yang diberikan oleh waktu tahan proses ini tingginya temperatur waktu tahan sinter memberikan pengaruh terhadap densitas produk yang dihasilkan semakin tinggi, namun halini dapat meningkatkan presentasi penyusutan, pertumbuhan butir dan meningkatkan biaya proses

3.8. Uji kekerasan

Agar mengetahui dan mempertegas hasil analisa penelitian serta melengkapi tahapan proses observasi material, maka dibutuhkan pengujian hardening testing yakni metode vickers. Cara ini di pilih karena benda uji yang digunakan sebagai penelitian berukuran kecil

3.9. Struktur Mikro

Struktur mikro merupakan struktur bentuk motif logam terlihat dengan mikroskop optik, meskipun pengamatan dilakukan dengan menggunakan alat optical mikroskop (OM), alat ini dapat memperbesar struktur hingga 1500 kali.

Pada proses ini, permukaan sampel dihaluskan secara bertahap dengan ampelas dari grid kasar (100) hingga halus (2000), lalu proses penghalusan dilanjutkan dengan mesin disertai dengan cairan atau larutan pemoles. Etsa dilakukan setelah proses pemolesan selesai, proses ini dilakukan dengan membilas atau mencelupkan permukaan material kedalam larutan kimia yang dibuat sesuai kandungan bahan uji atau sampel.

3.10. Densitas

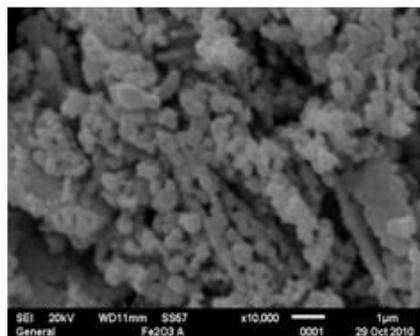
Densitas adalah suatu besaran fisis dimana parameter masa dengan daya tampung benda (Birkeland, P.W., 1984). Massa jenis suatu material bersifat tetap artinya bila ukuran suatu benda atau material di ubah maka jumlah massa jenis benda tersebut tetap, hal ini dikarenakan kenaikan massa dan volume suatu benda diikuti secara linier. Dengan adanya kenaikan volume dan massa material tersebut, dilakukan proses penimbangan untuk mengetahui berat jenis atau densitas suatu material

3.11. Struktur Fase X-ray (XRD)

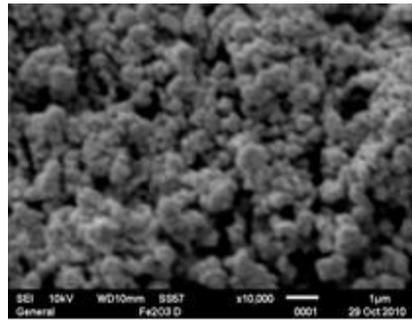
XRD merupakan tahapan dalam proses sebuah analisis, analisis ini menggunakan perangkat alat pengujian X-ray diffraction yang merupakan perangkat paling tua dan paling sering digunakan hingga saat ini. Pengujian ini memberikan gambaran sebuah fase kristalin dalam sebuah material dengan cara menentukan besaran parameter struktur fase untuk mendapatkan ukuran partikel, dengan memanfaatkan radiasi elektromagnetik yang dihasilkan dari sinar X yang memiliki energi tinggi sebesar 200 eV sampai 1 eV. Sinar ini dihasilkan dari interaksi antara berkas elektron eksternal dan elektron pada kulit atom. Panjang gelombang spektrum sinar X sekitar 10⁻¹⁰ hingga 10⁻⁵ nm, dengan orde orde yang sama dengan jarak atom sehingga dapat dimanfaatkan untuk difraksi. Alat ini mendeskripsikan cahaya yang melalui celah kristal ketika berkas sinar X berinteraksi dengan sebuah material maka sebagian berkas akan diabsorpsi, sebagian ditransmisikan dan sebagian lagi dihamburkan.

HASIL DAN PEMBAHASAN

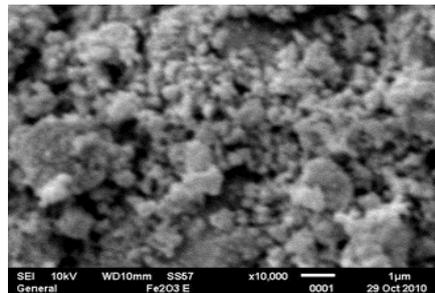
Dari gambar 4.1 menunjukkan hasil SEM Fe₂O₃ sebelum dimilling dengan PBM dapat terlihat bahwa struktur partikel Fe₂O₃ memperlihatkan bentuk dendrit dengan bulatan memanjang. Tetapi setelah dilakukan proses milling dengan durasi PBM 40 jam partikel mengalami perubahan, seperti terlihat tampilan gambar 4.2 corak partikel lebih kecil dan lebih sedikit terpisah dari yang lain, sementara partikel hasil SEM Fe₂O₃ yang telah melalui proses milling, kemudian dilakukan PBM selama 80 jam, dengan hasil seperti terlihat pada gambar 4.3 terlihat bentuk partikel Fe₂O₃ memiliki corak lebih halus, tetapi masih terlihat beberapa perbedaan yang terbentuk kembali. Gambar 4.2 terlihat ukuran hasil partikel Fe₂O₃ selesai PBM dalam waktu durasi 40 jam dalam proses sonikasi dengan durasi 30, 60 dan 120 menit, terlihat sebelum dilakukan Sonikasi besar partikel 343,5 nm dan selesai dilakukan sonikasi dalam durasi 30 menit, berhasil mengecil menjadi 94,8 nm dan 80,9 nm selesai dilakukan sonikasi diproses sonikasi dalam durasi 60 dan 120 menit.



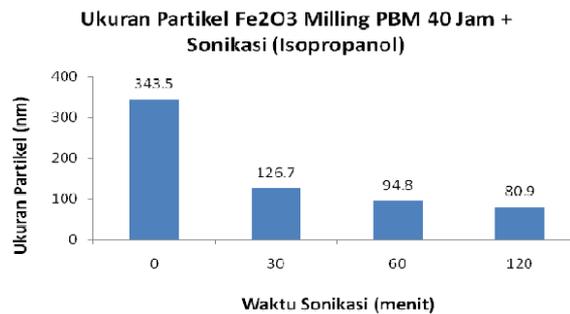
Gambar 4.1. Foto SEM bahan Fe₂O₃ Sebelum di milling dengan PBM



Gambar 4.2. Foto hasil SEM bahan Fe₂O₃ Sesudah dimilling 40 jam dengan PBM



Gambar 4.3. Foto hasil SEM bahan Fe₂O₃ setelah dimilling 80 jam dengan PBM



Gambar 4.4. Size partikel Fe₂O₃ hasil milling PBM 40 jam.

KESIMPULAN

Hasil percobaan memperlihatkan gabungan metode ultrasonic-milling dan ball milling dapat di aplikasikan pembuatan partikel nano dengan metode ini dapat menghasilkan partikel Fe₂O₃ Dengan ukuran kurang dari 100 nm berhasil didapat setelah dilakukan penggilingan serbuk dengan durasi 40 jam memanfaatkan planetary ball mill dilakukan tahapan sonikasi selama 120 menit. Penggunaan metode ini sangat efektif sebagai alternatif penyempurna dalam proses pembentukan nano partikel, namun masih membutuhkan perbaikan untuk penyempurnaan lebih lanjut dan kajian komprehensif mencakup: meningkatkan kualitas geometri sonoreacor, pemanfaatan surfatant, dan lain-lain.

DAFTAR PUSTAKA

- [1] Nurul T. R., Agus S. W., Andi S., Bambang H., Djandjani. *Mesin Penghancur Partikel dengan Gerak Planet Yang Paten*. No. S00200700086, 24 April 2007
- [2] Nurul T. R., Agus S. W., Wahyu B. W., Suryadi, Alfian N., Djandjani. *Mesin Penghancur Partikel Berenergi Tinggi dan Metodanya*, Paten No. POO200700207, 2 Mei 2007.
- [3] Alfian Noviyanto. 2008. *Pelapisan Intermetalik Fe-Al pada Baja dengan Metoda Pemaduan Mekanik*. Thesis. Departemen Teknik Metalurgi dan Material, Fakultas Teknik, Universitas Indonesia.
- [4] Gordon England, *Material Teknik*, in Hardenes Testing, 1999.
- [5] B.S.Nasional, *SNI Cara Uji Keras Rockwell*, 1989
- [6] Widhya B., M. I. Amal, Suryadi, W. Firmansyah., Wahyu B.W, Alfian N., Agus S.W, Sri H., and Nurul T.R: *Preparation of Ultrafine. Grained Fe-0 System by Mechanical Alloying” Proceeding of Une Day Seminar on Advanced Materials Research, Universiti Kebangsaan Malaysia, Malaysia, 30 October 2007.*
- [7] Kenneth S. Suslick and Garreth J. Price, *Application of ultrasound to material Chemistry*, Annu. Rev. Mater. Sci., 29, 1999, pp. 295 — 366
- [8] E. Maisonhaute, *Acoustic cavitation near a surface explored via nanosecond electrochemistry*, 19th International Congress on Acoustics, Madrid, September 2007
- [9] Z. Kobus and E. Kusinska, *Influence of Physical Properties of Liquid on Acoustic Power of Ultrasonic Processor*, TEKA Kom. Mot. Energ. Roln. — OLPAN, 2008, 8a, pp. 71-78
- [10] German R. M. (1994). *Powder Metallurgy Science*. New Jersey: Priceton.
- [11] Hartomo, A. J., & Kaneko, T. (1992). *Mengenal Pelapisan Logam (Elektroplating)*. Yogyakarta: Andi Offset. [7] Heine, R. W. (1990). *Principle of Metal Casting*. New - Delhi: Publishing Company.
- [12] Kuntadi, I. (2010). *Pemanfaatan Limbah Padat Logam (Skrap). Sebagai Tambahan Penghasilan Bagi Industri Kecil Logam dan Elektronika*. <http://jurnal.upi.edu/file/Iwa> Kunta di.pdf. Dipetik Maret 4, 2014