



**PENGARUH WAKTU *MILLING* PADA *PLANETARY BALL MILL*
TERHADAP KARAKTERISASI NANO ALUMINA**

Skripsi

Oleh:

Much. Andree Aghazi

141910101105

PROGRAM STUDI S1 TEKNIK MESIN

JURUSAN TEKNIK MESIN

FAKULTAS TEKNIK

UNIVERSITAS JEMBER

2020



**PENGARUH WAKTU *MILLING* PADA *PLANETARY BALL MILL*
TERHADAP KARAKTERISASI NANO ALUMINA**

Skripsi

Diajukan Sebagai Salah Satu Syarat Untuk Memperoleh Gelar Sarjana Teknik
Pada Fakultas Teknik Universitas Jember

Oleh:

Much. Andree Aghazi

141910101105

PROGRAM STUDI S1 TEKNIK MESIN

JURUSAN TEKNIK MESIN

FAKULTAS TEKNIK

UNIVERSITAS JEMBER

2020

PERSEMBAHAN

Puji syukur atas kehadiran Allah SWT, yang telah melimpahkan rahmat dan karunianya, sehingga skripsi ini dapat terselesaikan sesuai dengan waktu yang di rencanakan. Skripsi ini di susun guna memenuhi salah satu syarat menyelesaikan pendidikan strata satu (S1) pada Jurusan Teknik Mesin Fakultas Teknik Univeritas Jember.

Terima kasih penulis di ucapkan kepada semua pihak yang telah mendukung penulis untuk menyelesaikan skripsi ini termasuk rekan-rekan sekalian yang telah memberikan banyak dukungan kepada penulis, khususnya kepada:

1. Yang terkhusus kedua orang tua Mama Nanik dan Ayah Heri serta Kakak Faradilla Shintana Devi dan Adik Vargas Bimantara Putra yang selalu mendukung dan memberi motivasi setiap waktu saya ucapkan terima kasih.
2. Bapak Santoso Mulyadi, S.T., M.T. selaku pembimbing utama dan Bapak Dr. Salahuddin Junus, S.T., M.T. selaku pembimbing anggota juga selaku pembimbing tim riset MaGNIFIED yang tidak ada lelahnya membimbing saya, baik memberikan motivasi, serta arahan selama riset dan penulisan skripsi ini hingga selesai.
3. Bapak Danang Yudistiroh, S.T.,M.T. selaku Dosen Penguji Utama dan Bapak Ir. FX. Kristianta, M.Eng. selaku Dosen Penguji Anggota yang telah memberikan kritik dan saran untuk perbaikan skripsi.
4. Saudara seperjuangan tim magnified yang selallu memberi dukungan dan arahan serta memberi bantuan kepada penulis untuk menyelesaikan skripsi ini.
5. Dan kepada orang yang tidak disebutkan namanya yang juga selalu mendukung dan memberi arahan kepada penulis saya ucapkan terima kasih.

MOTTO

" Kemenangan yang seindah-indahnya dan sesukar-sukarnya yang boleh direbut oleh manusia ialah menundukan diri sendiri."

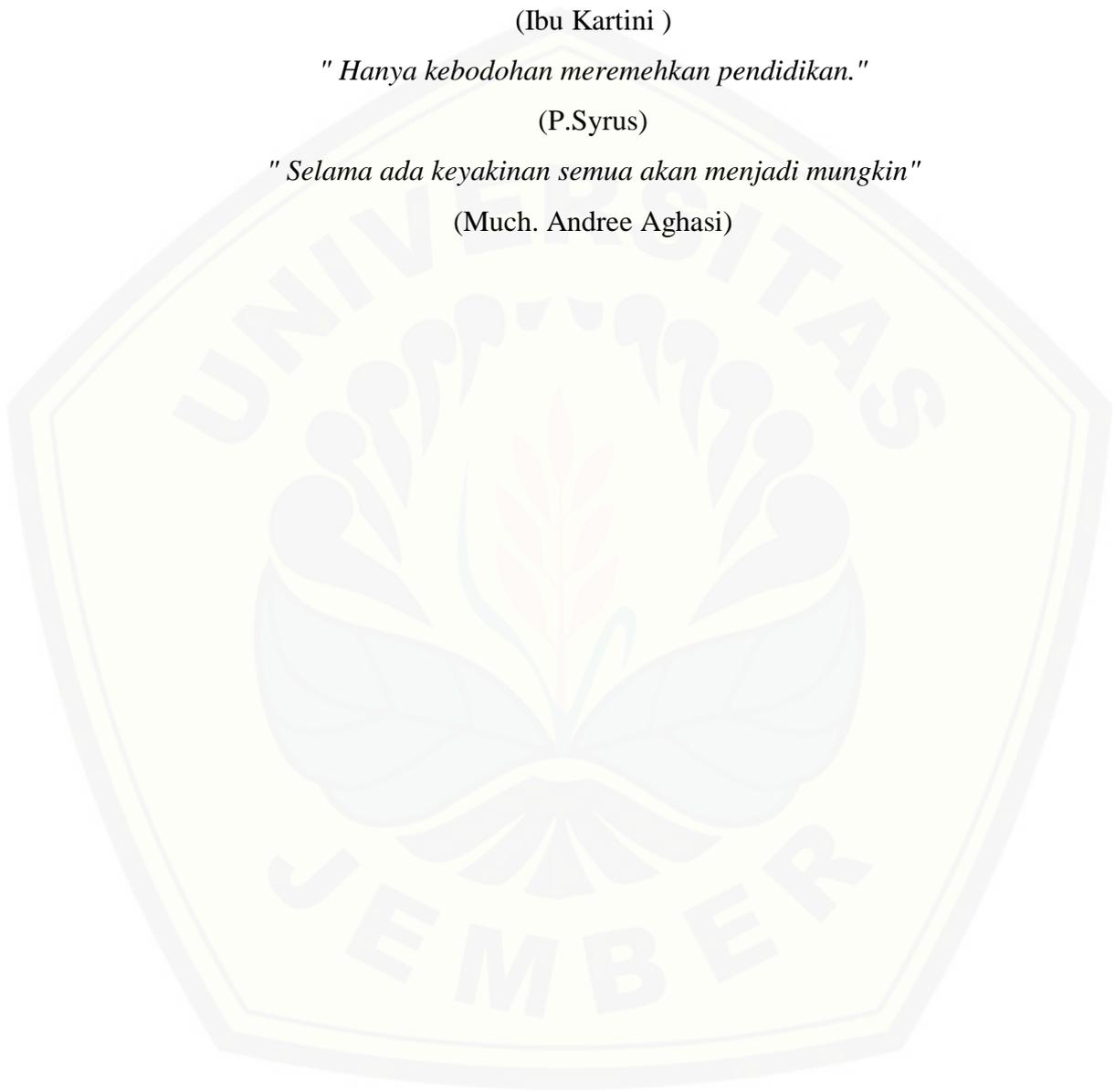
(Ibu Kartini)

" Hanya kebodohan meremehkan pendidikan."

(P.Syrus)

" Selama ada keyakinan semua akan menjadi mungkin"

(Much. Andree Aghasi)



PERNYATAAN

Saya yang bertanda tangan di bawah ini:

Nama : Much. Andree Aghasi

NIM : 141910101105

Menyatakan dengan sebenar-benarnya bahwa penulisan skripsi dengan judul “*Pengaruh waktu milling pada planetar ballmill terhadap karakterisasi nano alumina*” adalah hasil karya saya sendiri, kecuali beberapa kutipan dan ringkasan yang masing-masing sudah disebutkan sumbernya. Saya bertanggung jawab atas kebenaran isinya sesuai dengan sikap ilmiah yang harus dijunjung tinggi.

Demikian pernyataan ini saya buat dengan sebenarnya, tanpa ada paksaan dari pihak manapun serta saya bersedia mendapat sanksi akademik jika ternyata dikemudian hari pernyataan ini tidak benar.

Jember, 2020

Yang menyatakan,

Much. Andree Aghasi

NIM 141910101105

SKRIPSI

**PENGARUH WAKTU *MILLING* PADA *PLANETARY BALL MILL*
TERHADAP KARAKTERISASI NANO ALUMINA**

Oleh

Much. Andree Aghazi

141910101105

Pembimbing

Dosen Pembimbing Utama

: Santoso Mulyadi S.T., M.T

Dosen Pembimbing Anggota

: Dr. Salahuddin Junus S.T., M.T

RINGKASAN

Pengaruh Waktu Milling pada Planetary Ball Mill Terhadap Karakterisasi Nano Alumina; Much. Andree Aghasi, 141910101105; 2019:57 halaman; Jurusan Teknik Mesin Fakultas Teknik Universitas Jember.

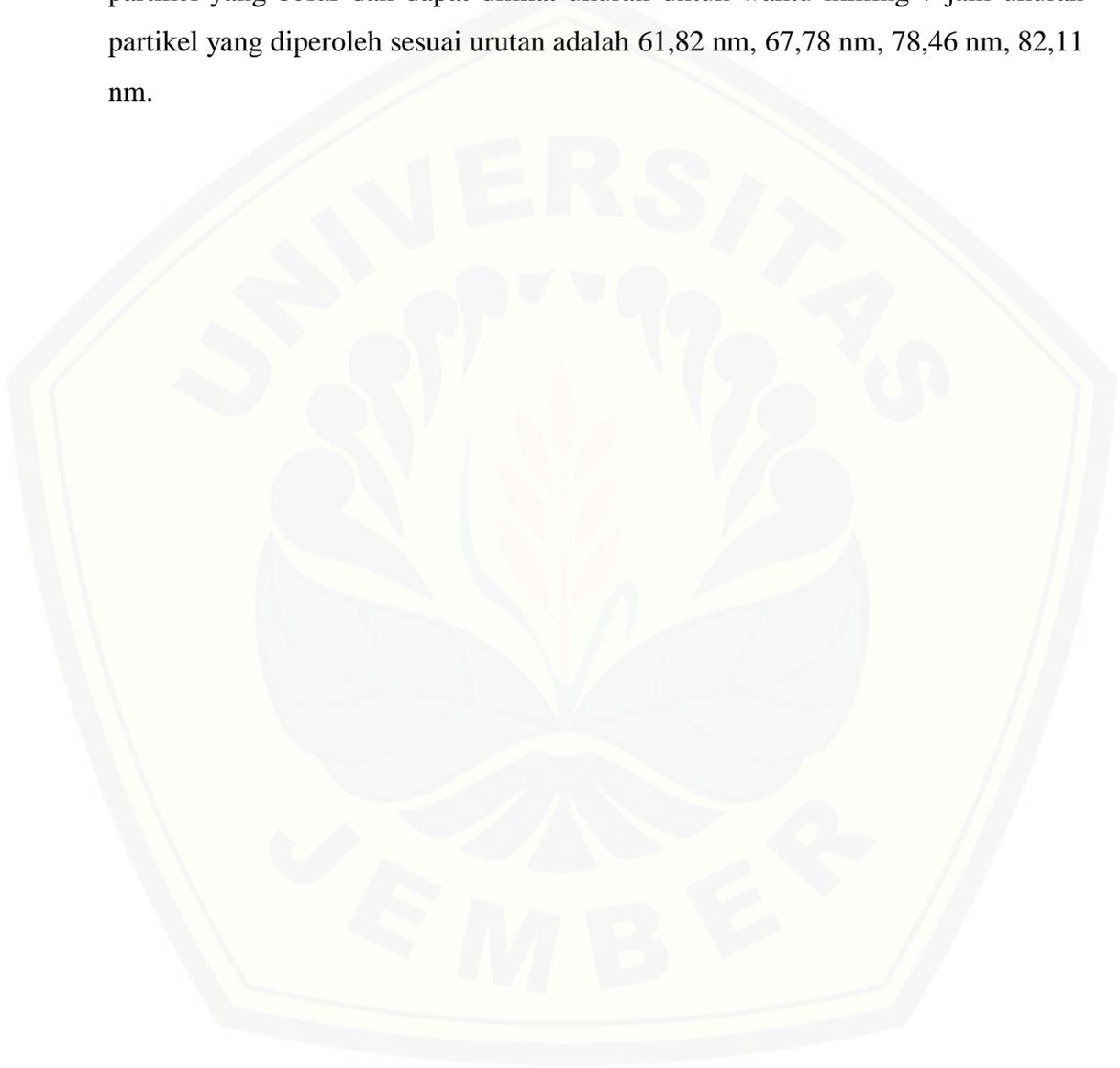
Teknologi *Planetary ballmill* merupakan permesinan yang berperan sangat penting dalam bidang industri, karena karakteristik *ballmill* sebagai alat penghancur material dengan tumbukan dan gesekan jenis sebuk dalam skala besar maupun kecil. Metode *ballmill* ini berprinsip pada penghancuran bahan menggunakan sejumlah bola penumbuk dalam sebuah tabung vertikal yang berputar sehingga bola-bola akan terangkat pada sisi tabung kemudian bola saling berjatuh ke bahan yang ditumbuk dan menyebabkan fragmentasi pada stuktur bahan menjadi ukuran yang sangat halus.

Pada penelitian ini proses penghalusan ukuran dari partikel mikro menjadi nano partikel dengan menggunakan sebuah mesin *Planetary ballmill*, yang menggunakan metode *top down mechanical milling* yang menggunakan variasi waktu penggilingan antara 3, 5, 7 jam menggunakan putaran milling 300 rpm. Pengujian dalam penelitian ini meliputi, pengamatan SEM (Scanning Electron Microscop) serta Analisa dengan XRD (X-Ray Diffraction). Dari hasil penelitian ini diharapkan terjadi pengurangan ukuran hingga ke nanopartikel pada serbuk mikro Al_2O_3 .

Hasil penelitian menunjukkan serbuk Al_2O_3 ukuran kristal yang didapatkan dari variasi milling 7 jam dengan nilai *hkl* tertinggi yaitu 166,73 nm. Dengan nilai parameter kisi kristalin nanopartikel Al_2O_3 variasi milling 7 jam yang dihasilkan adalah $a=0,63847$ nm dan $c=1,42264$ nm. serta memasukkan nilai ke dalam software *Vesta (Student Version)* menunjukkan struktur kristalin yang terbentuk adalah *hexagonal*.

Hasil pengamatan SEM (Scanning Electron Microscope) yang telah dilakukan telah berhasil hingga ke ukuran dibawah 100 nanometer, awal pembesaran 20000x dan pembesaran 100000x menunjukkan bahwa pada variasi

waktu milling 5 masih terdapat ukuran-ukuran partikel yang besar dapat dilihat ukuran partikel terkecil waktu milling 5 jam dibawah 100 nm sesuai urutan adalah 67,97 nm, 87,47 nm, 90,38 nm. Dan untuk variasi 7 jam dengan awal pembesaran 20000x dan pembesaran 100000x menunjukkan masih terdapat ukuran-ukuran partikel yang besar dan dapat dilihat ukuran untuk waktu milling 7 jam ukuran partikel yang diperoleh sesuai urutan adalah 61,82 nm, 67,78 nm, 78,46 nm, 82,11 nm.



SUMMARY

Effect of Milling Time on Planetary Ball Mill Against Nano Alumina Characterization; Much. Andree Aghasi, 141910101105; 2019;57 page; Department of Mechanical Engineering, Faculty of Engineering, University of Jember.

Planetary ballmill technology is a machining that plays a very important role in the industry, because of the characteristics of the ballmill as a means of crushing material with collisions and friction types of powder on a large or small scale. This ballmill method is based on the destruction of material using a number of pounding balls in a vertical tube that rotates so that the balls will be lifted on the side of the tube then the ball fall into each other into the crushed material and cause fragmentation in the structure of the material to a very fine size.

In this study the process of refining the size of micro particles into nano particles using a Planetary ballmill machine, which uses a top down mechanical milling method that uses a variation of grinding time between 3, 5, 7 hours using a 300 rpm milling speed. Tests in this study include, observation of SEM (Scanning Electron Microscopy) and Analysis with XRD (X-Ray Diffraction). From the result of this study it is expected that there will be a reduction in the size of the nanoparticles in Al_2O_3 micro powders.

The result showed the crystal size Al_2O_3 powder obtained from 7 hours milling variations with the highly hkl value of 166,73 nm. With the crystal lattice parameter values of Al_2O_3 nanoparticle the variation of 7 hours of milling produced is $a = 0.63847$ nm and $c = 1.42264$ nm. And inserting values into the Vesta software (Student Version) shows the crystalline structure formed is hexagonal.

The SEM observations that have been carried out have succeeded to size below 100 nanometers, the initial magnification of 20.000x and 100.000x shows that in the variation of milling time there are still large particle sizes that can be seen the smallest particle size when milling 5 hours under 100 nm in the order of 67.97nm, 87.47nm, 90.38nm. And for 7 hour variations with initial magnification

of 20.000x and magnification of 100.000x there are still large particle size and can be that the size for 7 hour milling time obtained by particle size is 61.82nm, 67.78nm, 78.46nm, 82.11nm.



PENGESAHAN

Skripsi berjudul “Pengaruh Waktu *Milling* Pada *Planetary Ball Mill* Terhadap Karakterisasi Nano Alumina” telah diuji dan disahkan pada:

Hari, Tanggal : Selasa 07 Januari 2020

Tempat : Fakultas Teknik Universitas Jember

Tim Pembimbing

Pembimbing I,

Pembimbing II,

Ir. Santoso Mulyadi S.T., M.T.
NIP. 197002281997021001

Dr. Ir. Salahuddin Junus S.T., M.T.
NIP. 197510062002121002

Tim Penguji

Penguji I

Penguji II

Ir. Danang Yudistiro S.T., M.T.
NIP. 197902072015041001

Ir. F.X. Kristianta M.Eng
NIP. 196501202001121001

Mengesahkan

Dekan Fakultas Teknik Universitas Jember,

Dr. Ir. Triwahju Hardianto, S.T.,M.T.
NIP. 197008261997021001

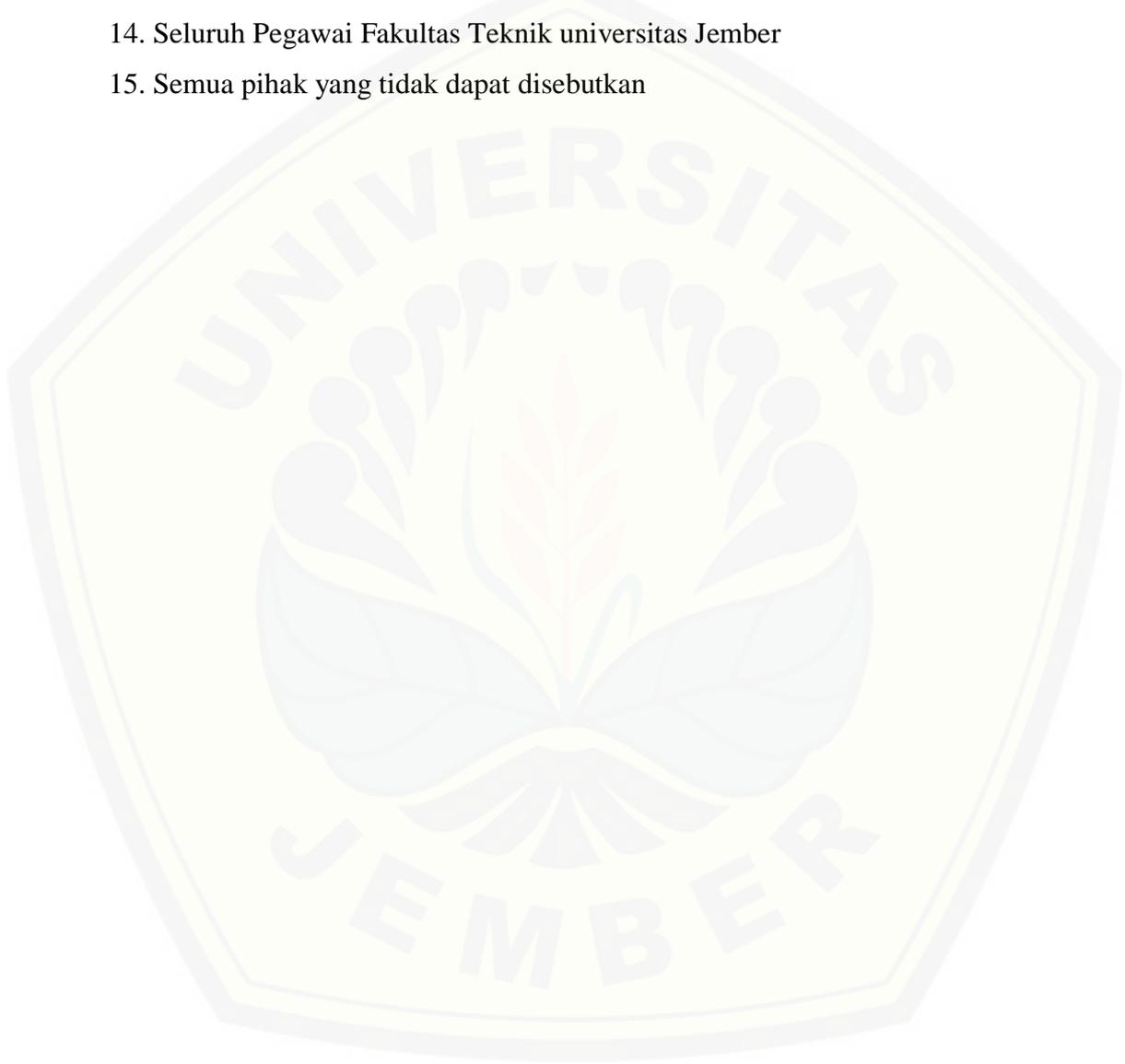
PRAKATA

Puji syukur atas ke hadirat Allah SWT atas segala limpahan nikmat, rahmat dan karunia-Nya sehingga dapat menyelesaikan Skripsi yang berjudul “Pengaruh Waktu *Milling* Pada *Planetary Ball Mill* Terhadap Karakterisasi Nano Alumina. Tugas Akhir ini disusun untuk memenuhi salah satu syarat menyelesaikan Pendidikan Strata 1 (S1) pada Fakultas Teknik Universitas Jember

Penyusunan skripsi ini tidak terlepas dari bantuan berbagai pihak, sehingga penulis menyampaikan rasa terimakasih kepada:

1. Dekan Fakultas Teknik Universitas Jember Dr.Ir. Entin Hidayah, M.U.T
2. Ketua Jurusan Teknik Mesin Hari Arbiantara Basuki S.T., M.T.
3. Bapak Santoso Mulyadi S.T., M.T. selaku dosen pembimbing Utama dan Dr Salahudin Junus S.T., M.T. Selaku dosen pembimbing Anggota Atas atas kesabaran, waktu, pikiran, dorongan, Motivasi, perhatian, dan saran kepada penulis selama menulis skripsi
4. Bapak Danang Yudistiroh, S.T.,M.T. selaku Dosen Penguji Utama dan Ir. FX. Kristianta, M.Eng. selaku Dosen Penguji Anggota yang telah memberikan kritik dan saran untuk perbaikan skripsi.
5. Kedua orang tua saya Heri dan Nanik yang telah memberikan dukungan motivasi dan kasih sayang tiada henti
6. Kakak Faradilla Shintana Devi dan Adikku tercinta Vargas Bimantara Putra
7. Tim research Magnified 2014 Afini, Purnama, Wira, Verizal(sinchan), Ableh, Adit, Firman, Fuad, Akib, Joko, Ghozian
8. Tim Research Magnified 2015 Danang, Indra, Yoga, Fadea, Suci, Bobig
9. Sahabatku Afini, Firman, Adit serta Prayogo yang telah banyak membantu dalam menyelesaikan penelitian dan penulisan skripsi semoga Allah membalas kebaikan kalian.
10. Keluarga kedua dijember tante Eni dan om Agus yang selalu memberikan dukungan.

11. Teman Seperjuangan yang tidak akan selalu bersahabat Sandi, Ghuna, Fuad, Ryan, Yogi
12. Metalurgi 2014 ivan, sandi, fajar, novel, Reihan, Rizal.
13. Dulur teknik mesin 2014 semoga persaudaraan ini tetap terjaga hingga akhir waktu “**SOLIDARITY FOREVER**“.
14. Seluruh Pegawai Fakultas Teknik universitas Jember
15. Semua pihak yang tidak dapat disebutkan



DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL	ii
PERSEMBAHAN.....	iii
MOTTO.....	iv
PERNYATAAN.....	v
RINGKASAN	vii
PENGESAHAN	xi
PRAKATA.....	xii
DAFTAR ISI.....	xiv
DAFTAR GAMBAR.....	xvi
DAFTAR TABEL.....	xviii
DAFTAR LAMPIRAN	xix
BAB 1. PENDAHULUAN	1
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Rumusan Masalah.....	2
1.3 Batasan Masalah	2
1.4 Tujuan dan Manfaat	3
1.3.1 Tujuan	3
1.3.2 Manfaat	3
1.5 Hipotesis	3
BAB 2. TINJAUAN PUSTAKA.....	4
2.1 Alumina	4
2.1.1 Fase γ -alumina	8
2.1.2 Fase ϑ -alumina.....	8
2.1.3 Fase θ -alumina.....	9
2.1.4 Fase α -alumina.....	9
2.1.5 Sifat-Sifat Alumina	10
2.2 Nanopartikel	11
2.3 Metode Pembuatan Nanopartikel.....	12
2.4 <i>Planetary Ballmill</i>.....	15
2.4.1 Waktu <i>Milling</i>	16

2.4.2 Kecepatan Penggilingan	17
2.4.3 Prinsip Kerja <i>Planetary BallMill</i>	17
2.4.4 Ruang kosong pada vial	19
2.4.5 <i>BPR (Ball to Powder Weight Ratio)</i>	20
2.5 Karakterisasi Material.....	21
2.5.1 SEM (Scanning Electron Microscopy)	21
2.5.2 XRD (X-Ray Diffraction)	22
2.6 Aplikasi Nanopartikel	24
2.7 Diagram <i>Fishbone</i>	27
BAB 3. METODE PENELITIAN	28
3.1 Tempat dan Waktu Penelitian	28
3.2 Alat dan Bahan	28
3.2.1 Alat.....	28
3.2.2 Bahan	29
3.3 Prosedur Penelitian	30
3.3.1 Pembuatan Nanopartikel Alumina.....	30
3.3.2 Pengamatan Sempel.....	32
3.4 Diagram Alir Penelitian.....	34
BAB 4. HASIL DAN PEMBAHASAN	35
4.1 Pengamatan SEM.....	35
4.2 Ukuran Kristal.....	42
4.3 Formasi Kristal.....	44
4.4 Parameter Kisi.....	46
BAB 5. Kesimpulan	48
5.1 Kesimpulan	48
5.2 Saran.....	48
DAFTAR PUSTAKA	50

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1 Struktur kristal mineral korondum alumina.....4

Gambar 2.2 Serbuk Alumina5

Gambar 2.3 Bentuk struktur kristal alumina.....6

Gambar 2.4 Transformasi fase alumina.....7

Gambar 2.5 Bentuk struktur kristal fase γ -alumina.....8

Gambar 2.6 Bentuk struktur kristal fase θ -alumina.....9

Gambar 2.7 Bentuk struktur kristal fase θ -alumina 9

Gambar 2.8 Bentuk struktur kristal fase α -alumina 10

Gambar 2.9 Macam-macam dimensi nanomaterial 11

Gambar 2.10 Teknis sintesis *nanopartikel top-down* dan *bottom-up* 14

Gambar 2.11 *Planetary Ballmill*.....16

Gambar 2.12 Skema representasi dari *Planetary ballmill*.....18

Gambar 2.13 Skema Disk Planet dengan gerakan normal dan konter arah 19

Gambar 2.14 Material dan bola penghancur didalam vial 19

Gambar 2.15 Proses tumbukan bola-bola di media penggiling 20

Gambar 2.16 Proses pembuatan nano material pada *Planetary ballmill* 21

Gambar 2.17 Mesin uji SEM untuk mengetahui bentuk morfologi nanopartikel. 21

Gambar 2.18 Hasil pengamatan XRD Nanopartikel *Alumina* 23

Gambar 2.19 Aplikasi Nanopartikel 25

Gambar 2.20 Diagram Fishbone 27

Gambar 3.1 *Planetary ballmill*..... 29

Gambar 3.2 Bahan Al_2O_3 dengan berat 1 kg..... 30

Gambar 3.3 Bola Penumbuk dengan ukuran 5 mm dan 10 mm 31

Gambar 3.4 Penimbangan bahan dan bola dengan ratio 1 : 10 31

Gambar 3.5 Mangkok yang sudah diletakkan plat penyangga 31

Gambar 3.6 Alat SEM merk FEI tipe INSPECT-S50..... 32

Gambar 3.7 Alat uji XRD 33

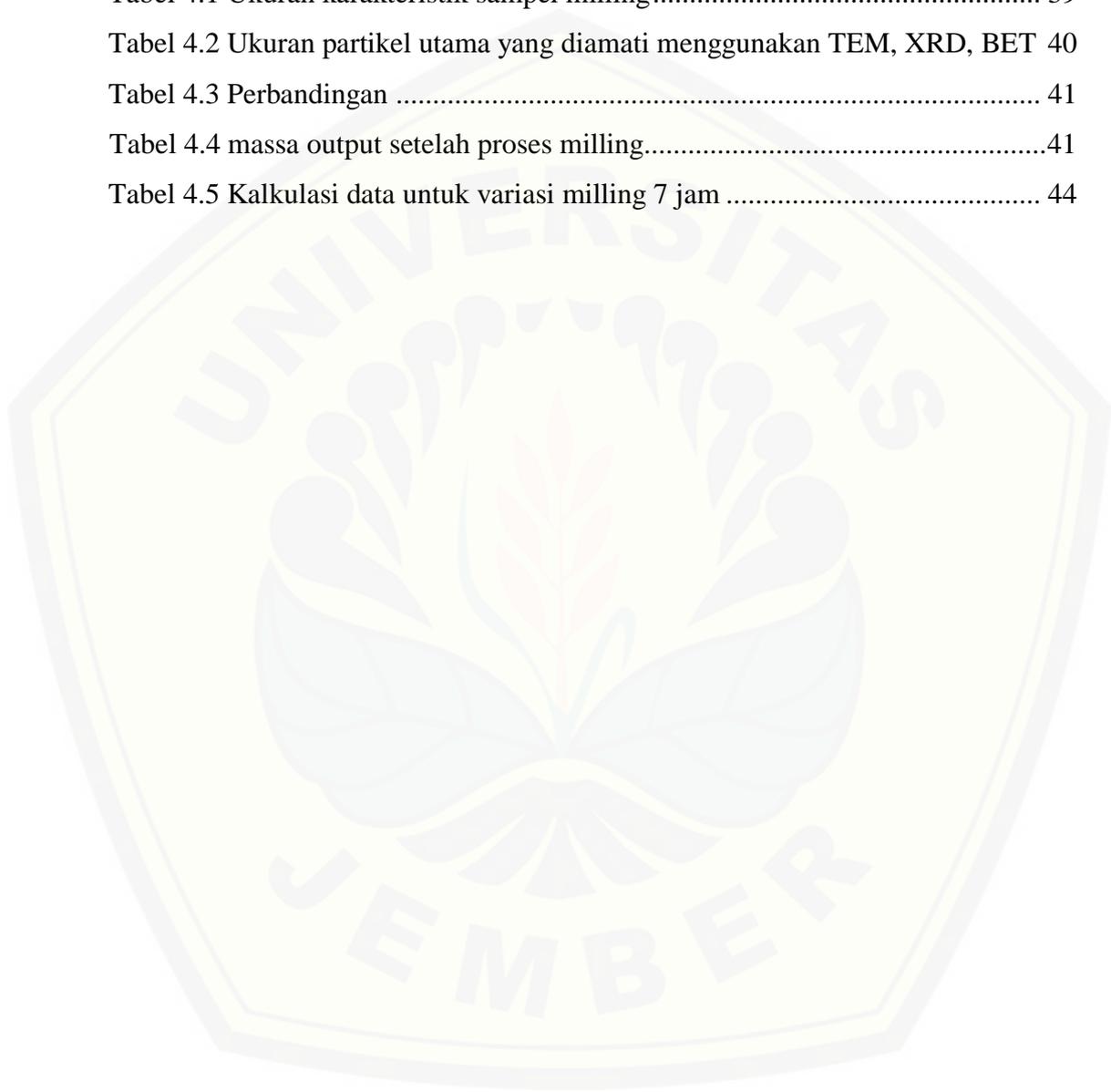
Gambar 3.8 Formasi kristal Al_2O_3 dengan aplikasi VESTA 33

Gambar 3.9 Diagram Fishbone 34

Gambar 4.1 Hasil SEM variasi 5 jam <i>milling</i>	35
Gambar 4.2 Hasil SEM variasi 7 jam <i>milling</i>	36
Gambar 4.3 Hasil SEM variasi <i>milling</i> 5 jam	38
Gambar 4.4 Hasil SEM variasi <i>milling</i> 7 jam	38
Gambar 4.5 Pengamatan SEM dengan waktu 300 menit <i>milling</i>	40
Gambar 4.6 Pengamatan TEM grafik mikro	40
Gambar 4.7 Grafik waktu penggilingan terhadap ukuran	41
Gambar 4.8 Hasil pengujian XRD	42
Gambar 4.9 Superposisi dari dua difraktogram	43
Gambar 4.10 Grafik pola difraksi hasil analisa XRD serbuk Al_2O_3	43
Gambar 4.11 Formasi kristal Al_2O_3 dengan aplikasi VESTA	46
Gambar 4.12 Struktur kristal korondum Al_2O_3	46

DAFTAR TABEL

Tabel 2.1 Transformasi suhu dan bentuk struktur kristal.....	7
Tabel 3.2.2 Tabel Serbuk Alumina	29
Tabel 4.1 Ukuran karakteristik sampel milling.....	39
Tabel 4.2 Ukuran partikel utama yang diamati menggunakan TEM, XRD, BET 40	
Tabel 4.3 Perbandingan	41
Tabel 4.4 massa output setelah proses milling.....	41
Tabel 4.5 Kalkulasi data untuk variasi milling 7 jam	44



DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1 XRD.....	56
D. 1 Tabel Perhitungan Parameter Kisi Al ₂ O ₃	58



BAB 1. PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Seiring perkembangan teknologi yang sangat pesat dan kebutuhan manusia dalam bidang material semakin meningkat maka dari itu pengembangan nanoteknologi yaitu suatu rekayasa material dalam orde nanometer (10^{-9} m), sangat berperan penting karena semakin kecil ukuran kristal suatu material dalam nanometer mempunyai jarak atom yang sangat kecil yang artinya akan lebih mudah terjadi reaksi atom.

Aluminium pertama kali ditemukan sebagai elemen pada tahun 1809 oleh Sir Humphrey Davy Aluminium. Paul dari Perancis dan Charles Martin Hall dari Ohio memperoleh logam aluminium dari alumina oleh elektrolit pada tahun 1886. Aluminium memiliki sifat yang ringan kepadatan dan ketahanan korosi yang baik dan rendah konduktivitas termal dan listrik yang baik (Salahuddin junus, 2019).

Alumunium oksida (Al_2O_3) saat ini merupakan salah satu keramik oksida paling bermanfaat dan banyak digunakan pada berbagai aplikasi seperti katalis, sensor, semikonduktor, ilmu kedokteran, kapasitor, baterai, dan bahan dasar insektisida. Serbuk *Alumina* mampu mengatasi serangan hama *hitophilus oryzae* dan *ryzopertha dominica* yang terdapat pada beras dan gandum secara efektif dan efisien (Teodoro,dkk.,2010;Sabbour,2012). Senyawa ini termasuk dalam kelompok material aplikasi karena memiliki sifat-sifat yang sangat mendukung pemanfaatannya dalam beragam peruntukan. Sifat lain dari *Alumina* yang sangat mendukung aplikasinya adalah daya tahan terhadap korosi (Mirjalili, et. al., 2011) dan memiliki titik lebur dan titik didih yang tinggi, berkisar antara $2072^{\circ}C$ dan $2977^{\circ}C$ sehingga material ini sangat berguna sebagai material tahan api dan lapisan tungku khusus (Khamirul Amin Matori et, al, 2012). *Alumina* saat ini sering dibuat dengan skala nano menggunakan *ballmill*. *Ballmill* merupakan alat Industri yang berperan penting dalam bidang industri, karena *ballmill* memiliki karakteristik mesin penghancur jenis serbuk dalam skala besar maupun kecil. Untuk menghasilkan suatu serbuk material nanopartikel dibutuhkan mesin

penghancur yang sesuai dengan fungsi dan perancangannya. Untuk mencapai suatu produk berupa serbuk material nanopartikel dibutuhkan suatu bola keramik *Alumina* untuk menumbuk serbuk material yang ada didalam tabung *ballmill*.

Metode *ballmill* ini berprinsip pada penghancuran bahan menggunakan sejumlah bola penumbuk dalam sebuah tabung vertikal yang berputar sehingga bola-bola akan terangkat pada sisi tabung kemudian bola saling berjatuhan ke bahan yang ditumbuk dan menyebabkan fragmentasi pada stuktur bahan menjadi ukuran yang sangat halus (Nurdiana, 2010).

Pada penelitian ini proses penghalusan ukuran dari partikel mikro menjadi nano partikel dengan menggunakan sebuah mesin *Planetary ballmill*, yang menggunakan metode *top down mechanical milling* yang menggunakan variasi waktu penggilingan antara 3, 5, 7 jam menggunakan putaran milling 300 rpm.

1.2 Rumusan Masalah

Dalam penelitian ini dilakukan analisa pengaruh variasi waktu 3, 5, 7 jam dengan menggunakan putaran milling 300 rpm dengan menggunakan *planetary ballmill* terhadap nano aluminium oksida (Al_2O_3).

1.3 Batasan Masalah

Untuk mempermudah menganalisa permasalahan diperlukan batasan masalah didalam penelitian ini yaitu:

1. Material yang digunakan aluminium oksida (Al_2O_3).
2. Variasi waktu 3, 5, 7 jam.
3. Menggunakan putaran milling 300 rpm.

1.4 Tujuan dan Manfaat

1.3.1 Tujuan dari penelitian ini adalah :

1. Mengetahui pengaruh variasi waktu milling *Planetary ballmill* selama 3, 5, 7 jam dengan putaran milling sebesar 300 rpm terhadap mikro aluminium oksida (Al_2O_3).
2. Untuk mengetahui senyawa dan bentuk kristal dari *Alumina* setelah milling dengan menggunakan pengujian XRD.

3. Untuk mengetahui morfologi dan ukuran serbuk dari *Alumina* setelah milling dengan pengujian SEM.

1.3.2 Manfaat dari penelitian ini adalah :

Hasil penelitian ini diharapkan memberikan kontribusi yang positif, seperti dapat mengetahui variasi waktu yang baik sehingga dapat membuat ukuran partikel mikro *Alumina* (Al_2O_3) menjadi nanopartikel dengan lebih efisien waktu.

1.4 Hipotesis

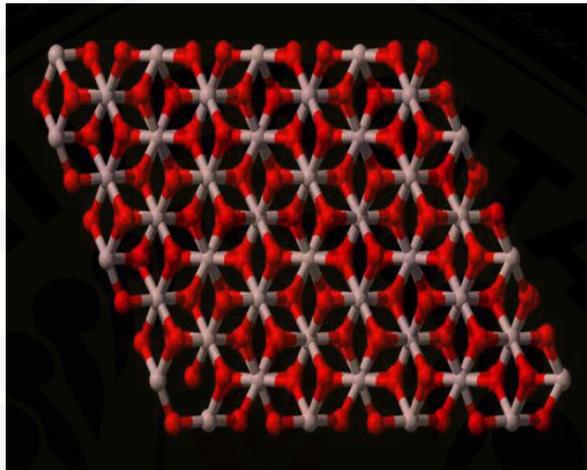
Hipotesis yang dapat dibuat dari penelitian ini adalah :

Variasi waktu penggilingan dari waktu 3, 5, 7 jam dengan putaran rpm 300, waktu 5 jam penggilingan adalah waktu yang terbaik untuk mendapatkan hasil dengan skala nano (M. Ramezani, 2012).

BAB 2 TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Alumina

Aluminium oksida (*Alumina*) adalah senyawa kimia dari aluminium dan oksigen, dengan rumus kimia Al_2O_3 . Secara alami, *Alumina* terdiri dari mineral korondum, dan memiliki bentuk kristal seperti ditunjukkan pada Gambar 2.1

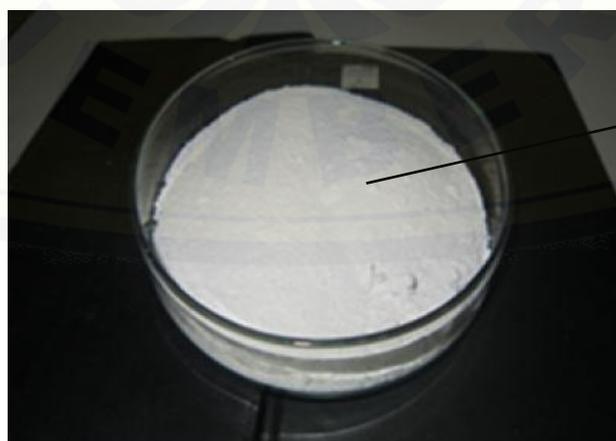


Gambar 2.1 Struktur kristal mineral korondum *Alumina* (Hudson, et. al., 2002).

Senyawa ini termasuk dalam kelompok material aplikasi karena memiliki sifat-sifat yang sangat mendukung pemanfaatannya dalam beragam peruntukan. Senyawa ini diketahui merupakan insulator listrik yang baik, sehingga digunakan secara luas sebagai bahan isolator suhu tinggi, karena memiliki kapasitas panas yang besar (Xu, et al., 1994). *Alumina* juga dikenal sebagai senyawa berpori sehingga dimanfaatkan sebagai adsorben (Ghababazade, et al., 2007). Sifat lain dari *Alumina* yang sangat mendukung aplikasinya adalah daya tahan terhadap korosi (Mirjalili, et. al., 2011). dan memiliki titik lebur dan titik didih yang tinggi, berkisar antara 2072°C dan 2977°C sehingga material ini sangat berguna sebagai material tahan api dan lapisan tungku khusus (Khamirul Amin Matori et, al, 2012) Secara umum *Alumina* ditemukan dalam tiga fasa, yang dikenal sebagai γ , β dan α *Alumina*. Ketiga fasa di atas diketahui memiliki sifat-sifat yang berbeda, sehingga memiliki aplikasi yang khas (unik). Beta *Alumina* (β - Al_2O_3) memiliki sifat tahan api yang sangat baik sehingga dapat digunakan dalam berbagai aplikasi keramik

seperti pembuatan tungku *furnace* (Arribart and Vincent, 2001). Gamma Alumina (γ - Al_2O_3) banyak digunakan sebagai material katalis, contohnya dalam penyulingan minyak bumi (Knozinger and Ratnasamy, 1978) dan digunakan dalam bidang otomotif (Satterfield, 1980; Gate, 1995). Alfa Alumina (α - Al_2O_3) mempunyai struktur kristal heksagonal dengan parameter kisi $a = 4,7588$ dan $c = 12,9910$ nm. Alfa Alumina banyak digunakan sebagai salah satu bahan refraktori dari kelompok oksida, karena bahan tersebut mempunyai sifat fisik, mekanik dan termal yang sangat baik (Mirjalili, et al., 2011). Fasa paling stabil dari Alumina adalah fasa Alfa Alumina (α - Al_2O_3), dalam proses perlakuan termal α - Al_2O_3 diperoleh melalui transformasi fasa yang diawali dari Boehmite $\text{AlO}(\text{OH})$ yaitu: Boehmite $\rightarrow \gamma$ -Alumina $\rightarrow \delta$ -Alumina $\rightarrow \theta$ -Alumina $\rightarrow \alpha$ -Alumina (Beitollahi, et al., 2010).

Alumina merupakan partikel yang diproses dengan cara sintesa dan karakterisasi sehingga terjadi oksidasi antara senyawa aluminium dan oksigen. terbentuknya Alumina akibat adanya perlakuan panas sehingga terjadi transisi pada setiap temperatur yang digunakan dimana dalam setiap proses menghasilkan beberapa fase Alumina dari Alumina awal yang tergolong fase metastabil hingga Alumina pada fase stabil yang sangat berguna dalam dunia industri (A. Amirsalari dan S. Farjami Shayesteh, 2015). Serbuk alumina bisa digunakan diberbagai bidang seperti elektronik, komposit, dan pelapisan dibawah ini adalah gambar 2.2 dari serbuk alumina.



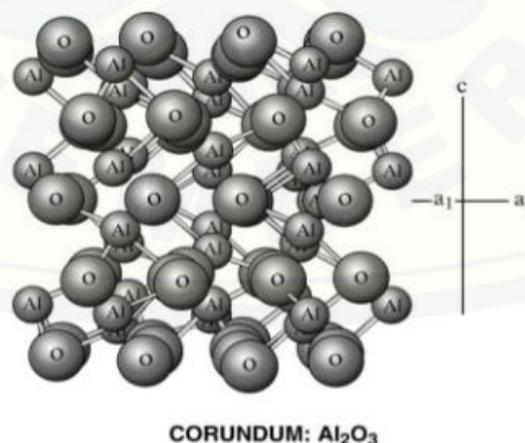
Serbuk Mikro
Alumina 63-200 μm

Gambar 2.2 Serbuk Alumina (Singh, I. B et al, 2015)

Aluminium oksida (Al_2O_3) memiliki bermacam kelebihan pada sifat *thermal*, kimia, dan fisiknya, bila dibandingkan dengan beberapa bahan keramik lainnya. Dalam hal ini *Alumina* (Al_2O_3) memiliki warna putih dengan massa molar sebesar $101,96 \text{ g/mol}^{-1}$ dan kerapatan $3,95\text{-}4,1 \text{ g cm}^{-3}$. Pada sifat *thermal*, *Alumina* mempunyai titik lebur dan titik didih yang tinggi, masing-masing 2072°C dan 2977°C sehingga material ini sangat berguna sebagai material tahan api dan lapisan tungku khusus (Khamirul Amin Matori et al, 2012).

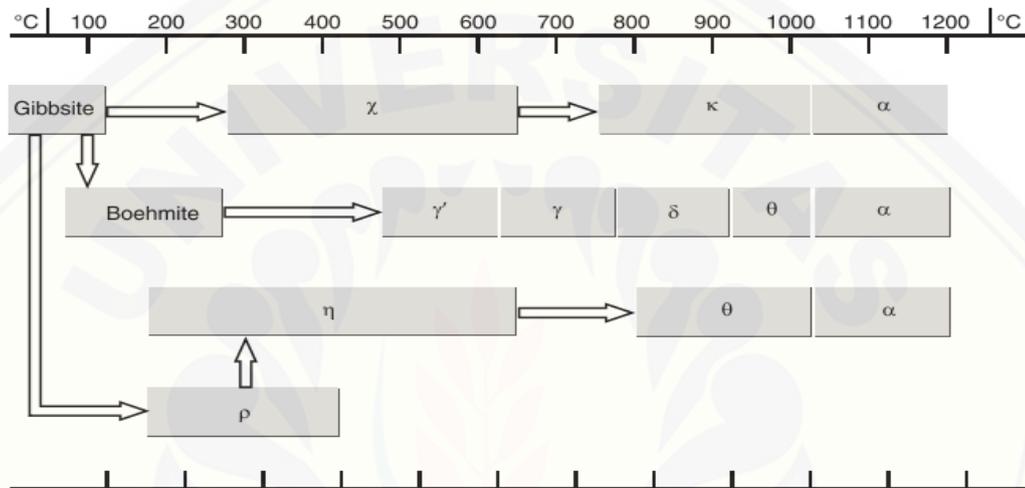
Alumina mempunyai karakteristik tersendiri dimana *Alumina* mempunyai kekerasan tinggi, modulus elastisitas yang tinggi, kekuatan mekanik yang sangat baik, tahan terhadap suhu tinggi serta tahan terhadap korosi (F. Mirjalili, H. Mohamad, L. Chuah, 2011). Pada bidang industri lebih dari sekitar 45 Juta ton Al_2O_3 diproduksi dan dipasarkan ke berbagai dunia dan Sekitar 1,5 juta ton Al_2O_3 digunakan sebagai serbuk mentah di dunia (Takashi Shirai et al, 2009).

Alumina mempunyai struktur kristal awal yaitu *corundum* ditunjukkan pada gambar 2.3 dan struktur kristal lain tergantung dari fase yang terbentuk. Fase *Alumina* dapat diperoleh dengan proses perlakuan panas pada suhu tertentu sehingga akan mengalami transisi fase diantaranya yaitu γ (gamma), δ (delta), θ (theta), α (alpha) (S. Balaraman, B. Iruson, S. Kandasamy, 2013).



Gambar 2.3 Bentuk struktur kristal *Alumina* (James F. sackelford dan Robert H. doremus, 2008)

Alumina mengalami transformasi fase ditunjukkan pada gambar 2.4 dimana transformasi fase terjadi akibat perlakuan panas yang semakin meningkat dengan fase transisi awal yaitu γ -*Alumina* yang biasa disebut dengan fase metastabil sampai menuju ke fase α -*Alumina* yang biasa disebut dengan fase stabil dengan memanfaatkan suhu pemanasan yang tinggi (S. Balaraman, B. Iruson, S. Kandasamy, 2013).



Gambar 2.4 Transformasi fase *Alumina* (Takashi Shirai et al, 2009).

Dari gambar 2.4 untuk membentuk α -*Alumina* membutuhkan suhu tinggi sebesar 1200°C. Terdapat batasan-batasan suhu tertentu pada setiap fase serta bentuk struktur kristal dalam setiap transformasi fase.

Berikut ini adalah tabel 2.1 yang akan memberikan keterangan batasan suhu serta bentuk kristal disetiap transformasi fase.

Tabel 2. 1 Transformasi suhu dan bentuk struktur kristal

Phase (structure)	Transformation temperature (°C)	Transform to
η (cubic)	600-800	δ (tetragonal)
ζ (cubic)	650-750	κ (orthorhombic)
γ (cubic)	700-800	θ (monoclinic)
κ (orthorhombic)	900-1050	α (hexagonal)
δ (tetragonal)	900-1000	θ (monoclinic)
θ (monoclinic)	1000-1100	α (hexagonal)
α (hexagonal)	2072	Liquid

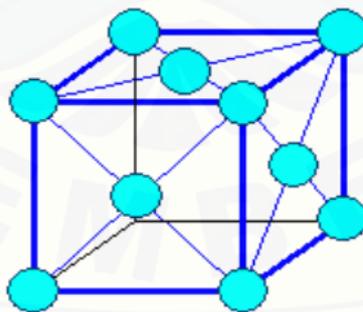
(Jitendra Gangwar et al, 2015)

Menurut Tabel 2.1 menunjukkan bahwa setiap perpindahan fase ke fase lain terdapat batasan suhu dan bentuk struktur kristal tertentu. Tulisan tebal yang ada dalam tabel 2.1 menunjukkan bahwa pada suhu 2072°C adalah fase paling stabil (Jitendra Gangwar et al, 2015).

Dari berbagai macam fase yang disebutkan diatas dapat di jelaskan sebagai berikut.

2.1.1 Fase γ -Alumina

Fase γ -Alumina merupakan fase metastabil yang dihasilkan akibat perlakuan panas dengan suhu pemanasan $400\text{-}700^{\circ}\text{C}$. Fase ini biasanya digunakan sebagai katalisator dan pendukung katalis karena sel unit γ -Alumina memiliki area spesifik yang besar dan juga memiliki energi permukaan rendah sehingga fase γ -Alumina tidak digunakan pada aplikasi suhu tinggi karena fase ini berubah menjadi fase stabil pada suhu tinggi (yaitu α -Alumina). γ -Alumina merupakan bahan teknologi yang sangat penting dalam dunia industri. Contoh aplikasi yang dominan memakai γ -Alumina yaitu dibidang keramik serta untuk proses otomotif (J. M. McHale et al, 1997). Dalam proses ini dapat menghasilkan bentuk struktur kristal γ -Alumina yaitu *cubic* ditunjukkan pada gambar 2.5.

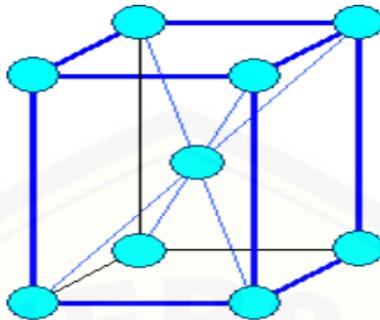


Gambar 2.5 Bentuk struktur kristal fase γ -Alumina (K. Jiang et al, 2010).

2.1.2 Fase δ -Alumina

Fase δ -Alumina merupakan fase metastabil yang didapat akibat tranformasi dari fase γ -Alumina akibat perlakuan panas dengan suhu pemanasan

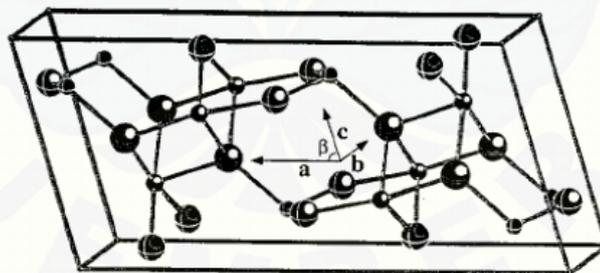
800-900°C. Dalam proses ini dapat menghasilkan bentuk struktur kristal ϑ -*Alumina* yaitu *tetragonal* ditunjukkan pada gambar 2.6.



Gambar 2.6 Bentuk struktur kristal fase ϑ -*Alumina* (K. Jiang et al, 2010).

2.1.3 Fase θ -*Alumina*

Fase θ -*Alumina* merupakan fase yang terbentuk akibat proses perlakuan panas dengan suhu pemanasan 900-1000°C dengan bentuk kristal *monoclinic* ditunjukkan pada gambar 2.7 Fase ini masih dikatakan fase metastabil karena salah satu fase paling stabil yaitu α -*Alumina*. Fase θ -*Alumina* ini dapat digunakan dalam bidang elektronik maupun optik. Dalam proses ini dapat menghasilkan bentuk struktur kristal θ -*Alumina* yaitu *monoclinic* ditunjukkan pada gambar 2.7.

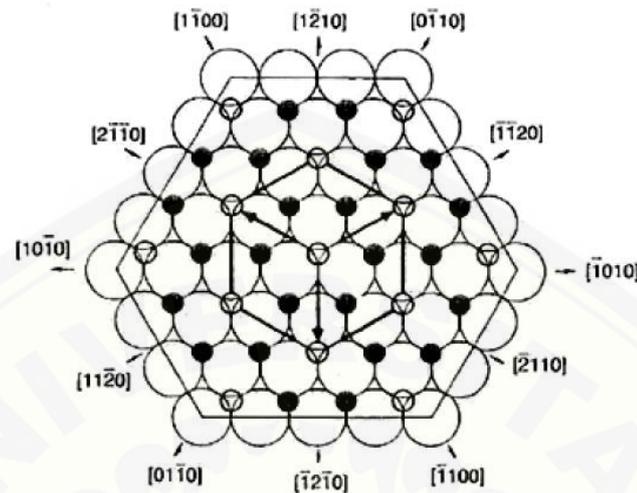


Gambar 2.7 Bentuk struktur kristal fase θ -*Alumina* (Ching, 2016).

2.1.4 Fase α -*Alumina*

Fase α -*Alumina* merupakan fase paling stabil, sehingga dapat digunakan sebagai lapisan untuk menjaga agar permukaan material tetap aman dari keausan. Fase ini terbentuk akibat transformasi dari fase sebelumnya dengan suhu pemanasan 1000-1100°C. Fase α -*Alumina* digunakan sebagai keramik struktural karena memiliki sifat mekanik yang baik dan juga sifat *thermal* yang sangat baik

pada suhu tinggi. Pada tahapan ini fase α -Alumina mempunyai kristal tunggal yang disebut *hexagonal* atau *safir* ditunjukkan pada gambar 2.8 (Gitzen, 1970).



Gambar 2.8 Bentuk struktur kristal fase α -Alumina (W. E. Lee dan P. D. Lagerlof, 1985).

2.2.5 Sifat-Sifat Alumina

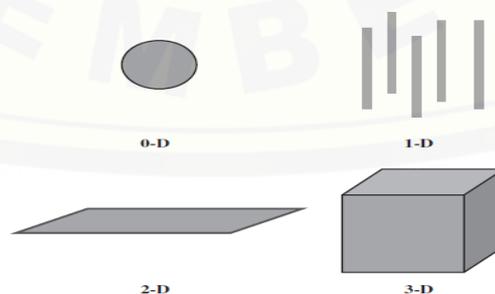
Aluminium oksida adalah insulator (penghambat) panas dan listrik yang baik. Umumnya Al_2O_3 terdapat dalam bentuk kristalin yang disebut dengan corundum atau α -aluminium oksida (Andry Adhe, 2010). Umumnya keramik alumina disamping tahan suhu tinggi juga memiliki sifat tahan kimia dan tahan korosi pada suhu tinggi. Keramik korundum murni dibuat melalui suhu tinggi (1800-1900°C) (Reynen, 1986). Aluminium oksida dipakai sebagai bahan abrasive, sebagai komponen dalam alat pemotong, peralatan listrik atau elektronik, refraktori, komponen mekanik, dan sebagai bio-inert material. Sedangkan Al_2O_3 yang sifatnya reaktif dan stabil dibawah suhu 1000°C, aplikasinya banyak digunakan sebagai reagen kimia dan bahan katalis (Ahmad Faisal, 2007). Aluminium oksida berperan penting dalam ketahanan logam aluminium terhadap pengkaratan dengan udara. Logam aluminium sebenarnya amat mudah bereaksi dengan oksigen di udara. Aluminium bereaksi dengan oksigen membentuk aluminium oksida, yang terbentuk sebagai lapisan tipis yang dengan cepat menutupi permukaan aluminium. Lapisan ini melindungi logam aluminium dari oksida lebih lanjut. Alumina yang dihasilkan melalui anodisasi

bersifat amorf, namun beberapa proses oksidasi seperti plasma electrolytic oxydation menghasilkan sebagian besar alumina dalam bentuk kristalin, yang meningkatkan kekerasan. Menjelaskan sifat-sifat aluminium oksida dapat menimbulkan kebingungan karena dapat berada pada beberapa bentuk yang berbeda. Salah satu bentuknya sangat tidak reaktif. Ini diketahui secara kimia sebagai $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ dan dihasilkan pada temperatur yang tinggi. Aluminium oksida merupakan senyawa amfoter, artinya dapat bereaksi baik sebagai basa maupun asam (Andry Adhe,2010).

2.2 Nanomaterial

Nanomaterial merupakan material yang ukurannya nanometer dengan skala 1-100 nm. Dengan ukuran nano material jauh lebih menguntungkan dari pada ukuran yang lebih besar karena nanoteknologi yaitu bidang-bidang teknologi dimana dimensi dan toleransi pada skala nano memainkan peran penting.

Keistimewaan sifat nanomaterial adalah mampu melakukan penetrasi lebih cepat dan sifatnya bisa sangat berbeda ketika material tersebut masih dalam ukuran yang lebih besar. Pada umumnya nanomaterial diklasifikasikan dengan bentuk dan dimensinya. Terdapat berbagai macam dimensi dari nanomaterial yaitu *zero-dimensional (nanoparticle)*, *one-dimensional (nanowires)*, *two-dimensional (nanostructure thin films)*, dan *three-dimensional (nanostructured)* ditunjukkan pada gambar 2.9 (K. P. Jayadevan dan T. Y. Tseng, 2004).



Gambar 2.9 Macam-macam dimensi nanomaterial (K. P. Jayadevan dan T. Y. Tseng, 2004)

Nanopartikel merupakan material dengan bentuk *zero-dimension (0D)* dimana semua dimensi linier dengan karakteristik yang dimiliki sama besarnya (tidak lebih dari 100 nm). Nanopartikel ini memiliki susunan atom (ion) yang jelas biasa disebut dengan *nanocrystal*. Terkait dalam hal ini nanopartikel mempunyai sifat dan karakteristik yang berbeda dengan partikel yang lebih besar (Poole et al, 2003).

Terdapat karakteristik yang berbeda antara nanopartikel dan *bulk* material (ukuran mikron) yaitu dari segi ukuran nanopartikel mempengaruhi sifat dari material. Disisi lain karena adanya rasio tinggi volume permukaan atom yang mendominasi sifat partikel dipermukaan atom. Oleh sebab itu nanopartikel menunjukkan peningkatan sifat mekanis yang disebabkan oleh ukuran kristal yang kecil sehingga tidak memungkinkan terjadinya retak kritis (Ashby et al, 2009).

2.3 Metode Pembuatan Nanopartikel

Material nano dapat dibuat dengan dua cara, yakni top-down dan bottom-up. Top-down adalah cara membuat material nano dengan memisahkan molekul yang berkumpul dalam jumlah besar menjadi kecil sehingga ukurannya tidak lebih dari 100 nm. Metode top-down menggunakan berbagai teknik penggilingan dan homogenisasi. Metode bottom-up adalah cara membuat material nano dengan menggabungkan beberapa molekul sehingga terbentuk struktur material dalam ukuran nano. Dalam metode bottom-up diperlukan stabilisasi zat aktif untuk mencegah terbentuknya material skala mikro.

Secara umum proses pembentukan nano terbagi menjadi 2 yaitu :

a. Top-down Approach

Metode *top-down* adalah metode pembuatan material nano dengan cara memotong-motong atau menghancurkan material berukuran besar menjadi ukuran nanometer (Arryanto dkk, 2007). Metode *top-down* dapat dilakukan dalam berbagai cara seperti *milling*, *ultrasonic*, dan *laser ablation* (Adityawarman, 2009).

Dalam pendekatan *top-down*, pertama bulk material dihancurkan dan dihaluskan sedemikian rupa sampai berukuran nano meter. Pendekatan *top-down* dapat dilakukan dengan teknik MA-PM (mechanical alloying - powder metallurgy) atau MM-PM (mechanical milling - powder metallurgy). Dalam mekanisme mechanical alloying, material dihancurkan hingga menjadi bubuk dan dilanjutkan penghalusan butiran partikelnya sampai berukuran puluhan nanometer. Salah satu metode yang digunakan pada penghalusan material dengan *top-down* ini adalah Planetary ballmill.

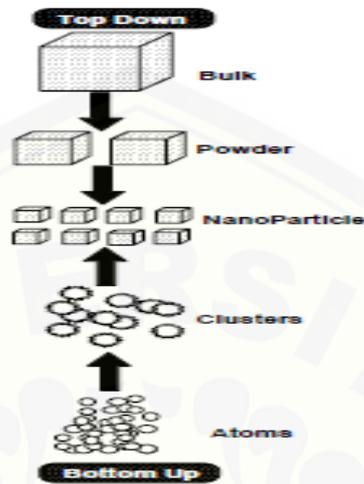
Teknologi Planetary ballmill menjadi salah satu topik yang diminati. Karena memiliki keunggulan waktu proses yang singkat dan hasil yang lebih banyak dibandingkan dengan mesin lain untuk menghancurkan atau memperkecil partikel. Proses penggilingan dengan planetary ballmill telah banyak digunakan dan memiliki potensi yang sangat menguntungkan baik digunakan untuk mencampur suatu material atau untuk memperkecil struktur material hingga skala nano.

b. *Bottom-up approach*

Metode *Bottom-up* (Penyusun atom-atom) adalah memulai dari atom-atom atau molekul-molekul atau kluster-kluster yang diassembly membentuk partikel berukuran nanometer yang dikehendaki. Metode pembuatan partikel nano terdiri atas beberapa proses kimia dan fisika, yang meliputi:

1. Proses *wet chemical*, yaitu proses presipitasi seperti: kimia koloid, metoda *hydrothermal*, dan proses *sol-gel*. Proses ini intinya mencampur ion-ion dengan jumlah tertentu dan mengontrol suhu dan tekanan untuk membentuk insoluble material yang akan terbentuk endapan. Endapan dikumpulkan dengan cara penyaringan atau *spray drying* untuk mendapatkan butiran kering.
2. *Mechanical process*, termasuk *grinding*, *milling*, dan teknik *mechanical alloying*. Intinya material ditumbuk secara mekanik untuk membentuk partikel yang lebih halus.
3. *From-in-place process*, seperti *lithography*, *vacum deposition process*, dan *spray coating*. Proses ini spesifik untuk membuat nanopartikel coating.

4. *Gas-phase synthesis*, termasuk didalamnya adalah mengontrol perkembangan *carbon nanotube* dengan proses *catalytic cracking* terhadap gas yang penuh karbon seperti metan.



Gambar 2.10 Teknis sintesis nanopartikel *top-down* dan *bottom-up* (Dutta dan Hofmann 2005)

Selain itu, tahapan pembentukan partikel dapat dikelompokkan atas beberapa tahapan penting, yaitu:

1. Nukleasi.
2. Kondensasi atom-atom atau molekul.
3. Koagulasi oleh pertukaran energi permukaan.
4. Agglomerasi atau penggumpalan.

Untuk dapat menghasilkan nanopartikel menggunakan fasa gas, maka yang paling penting adalah kondensasi gas inert. Prinsip dasar dari kondensasi gas inert adalah bagaimana logam diintroduksi dan diuapkan. Salah satu pendekatan yang paling mungkin adalah memanaskannya dengan elektron. Ablasi laser biasanya digunakan untuk menghasilkan nanopowder, yang terdiri dari dua bagian penting yaitu: pulsed high-power laser dan system fokus optik. Proses sintesis uap kimia dan fisika umumnya mengalami proses acak, dimana spesies aktif, temperatur, dan kecepatan pendinginan dalam gas mampu mempengaruhi ukuran partikel dan distribusi ukuran partikel.

2.4 Planetary Ballmill

Planetary ballmill merupakan permesinan yang berperan sangat penting dalam bidang industri, karena karakteristik *ballmill* sebagai alat penghancur material dengan tumbukan dan gesekan jenis sebuk dalam skala besar maupun kecil. Untuk memperoleh hasil dari suatu material serbuk halus maka dibutuhkan mesin penghancur yang sesuai dengan fungsi dan perancangannya, pencapaian suatu produk berupa serbuk material yang halus dibutuhkan beberapa bola keramik alumina untuk menumbuk serbuk material yang ada didalam tabung stainless stell pada *planetary ballmill*. Untuk memperoleh hasil dari suatu material serbuk halus maka dibutuhkan mesin penghancur yang sesuai dengan fungsi dan perancangannya, pencapaian suatu produk berupa serbuk material yang halus dibutuhkan beberapa bola baja untuk menumbuk serbuk material yang ada didalam tabung stainless stell pada *planetary ball mill*. Penggilingan bahan dengan menggunakan *planetary ball mill* berguna untuk pembuatan bahan rekayasa melalui proses paduan mekanis, *planetary ball mill* merupakan media penggilingan yang menggunakan gaya sentrifugal untuk memutar bola dan mangkok dengan kecepatan mencapai dua puluh kali percepatan gravitasi . Gaya sentrifugal disebabkan oleh rotasi piringan pendukung dan perpindahan putaran piringan pendukung serta putaran mangkok yang berlawanan. Akibat dari gaya sentrifugal maka bola dan bahan yang ada didalam mangkok akan saling bertabrakan dan bergesekan sehingga terjadi pengurangan ukuran bahan dan peningkatan suhu (M. Ramezani, 2012).



Gambar 2.11 Planetary ballmill

2.4.1 Waktu *Milling*

Parameter lama penggilingan merupakan salah satu faktor penting yang berpengaruh terhadap hasil penggilingan dengan metode *ball mill*. Parameter ini sangat erat kaitannya dengan efisiensi proses dan menentukan ukuran yang dari serbuk yang dihasilkan. Hal ini akan berdampak pada sifat fisik maupun kimia material dari hasil penggilingan. Efek waktu penggilingan menunjukkan adanya peningkatan ukuran dari serbuk nano (Zulkhairi Rizlan 2014). Tetapi waktu milling yang sangat lama dapat menimbulkan kontaminasi dari serbuk dan beberapa fase yang tidak diinginkan akan terbentuk. Oleh karena itu karena memiling serbuk untuk waktu yang diperlukan saja dan jangan terlalu lama (IrganS. UIN. 2010).

Planetary ball mill merupakan suatu proses untuk mendapatkan serbuk yang halus, semakin lama waktu penggilingan akan menyebabkan ukuran butir serbuk yang semakin halus dan kecil. Serbuk yang halus ketika dicetak akan menghasilkan pelet dengan struktur yang padat. Semakin padat susunan partikel akan mengakibatkan semakin besarnya densitas yang menandakan semakin sedikitnya distribusi pori. Distribusi pori yang sedikit akan mempengaruhi kapasitas spesifik sel ketika dilakukan uji sifat elektrokimia (Fitria Puspita S, 2014).

2.4.2 Kecepatan Penggilingan

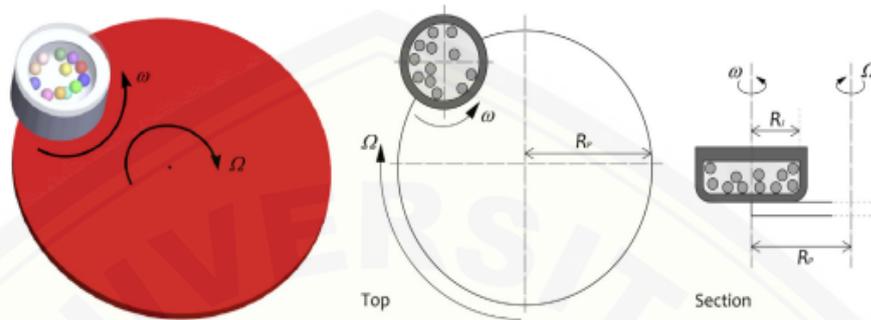
Media penggilingan adalah bola-bola miling yang digunakan untuk menghaluskan bubuk. Tipe material yang umum digunakan untuk media penggilingan diantaranya, hardness steel, tool steel, stainless steel, hardened chromium steel dan lain-lain. Parameter ini disebut juga laju penggilingan, dimana kecepatan memiliki peranan untuk meningkatkan efektivitas laju produksi dari serbuk nano yang dihasilkan oleh *planetary ball mill*. Peranan memainkan dan tingginya kecepatan penggilingan memberi dampak lebih tinggi terhadap ukuran dari material yang akan dilakukan penggilingan. Akan tetapi jika kecepatan terlalu besar maka akan terjadi gaya sentrifugal pada silinder sehingga bola dan serbuk akan menempel pada tepian mangkok, sehingga proses penggilingan tidak sempurna. *Planetary ball mill* bekerja dengan kecepatan yang lebih tinggi yaitu sekitar 70% sampai 80% dari kecepatan kritis (Afif Husnul, FT UI, 2008). Dalam penelitian yang dilakukan menggunakan planetary ball mill berkecepatan rendah, menggunakan 3 level kecepatan antara lain 100 rpm, 95 rpm dan 90 rpm. Dengan variasi kecepatan penggilingan 100 rpm yang paling optimal (Zulkhairi, 2014).

2.4.3 Prinsip Kerja *Planetary Ball Mill*

Prinsip kerja *planetary ball mill* adalah material yang berbentuk serbuk dimasukkan kedalam sebuah silinder yang terbuat dari stainless steel dengan beberapa bola didalamnya dan bergerak berputar secara terus menerus. Didalam silinder tersebut bola – bola dan serbuk akan saling bertumbukan menghaluskan serbuk tersebut (Smallman, 2000).

Proses *milling* merupakan usaha untuk reduksi ukuran partikel dengan menggunakan energi mekanik, caranya adalah dengan material serbuk yang dimasukkan kedalam sebuah alat yang bergerak terus menerus. Akibat dari pergerakan yang terus menerus maka material akan mendapat gaya gesek dan terjadi pecahnya partikel, hal ini akan terjadi terus menerus sampai mendapatkan ukuran partikel yang diinginkan. Penggunaan parameter sangat penting untuk mengembangkan model yang mampu meningkatkan efektivitas penggilingan,

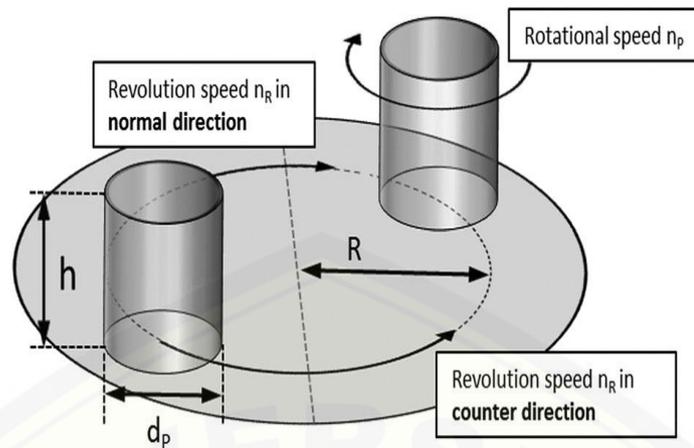
sehingga dapat menyempurnakan kualitas dari material. Parameter harus berkorelasi dengan proses dan variabel spesifik sehingga transfer energi dari alat penggilingan ke material yang akan digiling menjadi optimal (M. Broseghini, 2016)



Gambar 2.12 Skema representasi dari *planetari ballmill* (M. Broseghini, 2016)

Planetary ball mill menggunakan kecepatan milling lebih dari 100 rpm di hampir semua penelitian, penggunaan kecepatan yang tinggi memberikan dampak penggilingan yang lebih tinggi, hal ini dapat menghasilkan efektivitas penggilingan yang lebih baik. *Planetary ballmill* bekerja dengan kecepatan yang lebih tinggi yaitu sekitar 70% sampai 80% dari kecepatan kritis. (Zulkhairi Rizlan, 2013).

Planetary ball mill merupakan salah satu metode pembuatan material nano dari teknik MM-PM (*Mechanical alloying-powder metallurgi*) yaitu menggunakan energi tumbukan antara bola – bola penghancur dan dinding wadahnya. Pada saat ini para peneliti berusaha untuk menghasilkan material nano dalam jumlah banyak dan range waktu yang sangat singkat (Kaushal,2007). Melalui proses penumbukan antara bola, tabung, dan material serbuk pada *planetary ball mill*, menjadikan material yang sudah melalui proses penggilingan selama 1,5 jam dengan ukuran 657,3 nm menjadi 23,7 nm dengan pencapaian lama penggilingan 4 jam. Hal tersebut disesuaikan dengan karakteristik dari serbuk yang akan digiling (Simon bambang, Tabah sigit, 2014).



Gambar 2.13 Skema disk planet dengan gerakan normal dan konter arah. (Christine Burmeister, 2013)

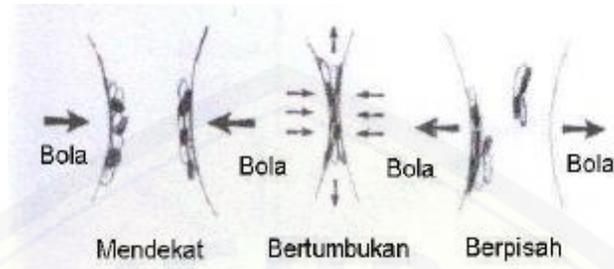
2.4.4 Ruang kosong pada vial

Terjadinya penghancuran partikel serbuk dikarenakan adanya gaya impek yang terjadi pada serbuk-serbuk itu. Dalam proses milling dibutuhkan tempat yang kosong yang cukup untuk digunakan untuk bola-bola dan serbuk untuk bergerak bebas didalam mangkok. Jika ruang kosong pada vial dengan bola-bola dan serbuk itu penting dan jika jumlah bola dan serbuk banyak memenuhi wadah dan tidak ada cukup tempat untuk bola-bola bergerak, maka gaya impek yang dihasilkan akan sedikit, maka proses penghancuran serbuk tidak akan berjalan secara optimal dan akan membutuhkan waktu yang lama.



Gambar 2.14 Material dan bola penghancur didalam vial (dinding vial = lingkaran dengan garis putus-putus, bola penghancur = bulat hitam besar, material = bulat hitam kecil).(Fahlefi Diana,2010)

Bola-bola yang saling bertumbukan tersebut menyebabkan perpatahan, kemudian terjadi penyatuan dingin (cold welding) dari serbuk-serbuk secara elementer seperti yang di ilustrasikan pada Gambar 2.15

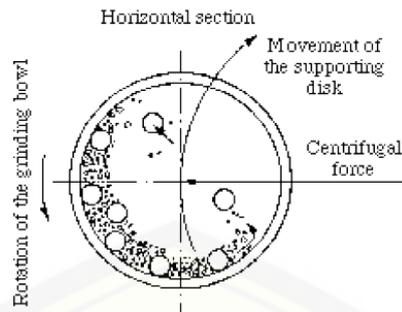


Gambar 2.15 Proses tumbukan bola-bola di media milling.(irfan septiyan, 2010)

Ketika waktu milling meningkat, fraksi volume unsur unsur dari bahan dasar menurun, sedangkan fraksi volume paduan meningkat. Ukuran, bentuk, kerapatan serbuk, dan derajat kemurnian mempengaruhi hasil akhir paduan.

2.4.5 (BPR)Ball to Powder Weight Ratio

BPR atau perbandingan antara bola dan serbuk menjadi salah satu faktor pengaruh dari efisiensi produktivitas dari pembuatan nano material. BPR menentukan kerapatan, hal ini dikarekan bola akan diselimuti oleh lapisan pada bijih sehingga akan meningkatkan tumbukan antar bola dan proses dari penggerusan menjadi semakin besar, hal ini menjadikan material tergerus dan pecah. BPR digunakan peneliti sebagai parameter yang penting, dikarenakan variasi dari dapat dibuat bermacam macam dengan tujuan untuk menghasilkan penelitian yang lebih baik dari penelitian sebelumnya. Selama ini tidak ada keputusan yang menetapkan mengenai perbandingan antara bola dan serbuk, dikarenakan faktor yang menentukan laju produktivitas adalah bahan dari serbuk dan faktor faktor yang lain (Zulkhairi 2014).



Gambar 2.16 Proses pembuatan nano material pada *planetary ballmill*.

(irfan septiyan, 2010)

2.5 Karakterisasi Material

Karakterisasi material ini dilakukan guna mengetahui tingkat keberhasilan dari sebuah penelitian yang sudah dilakukan yang didasarkan oleh standart pengujian yang berlaku. Terdapat 2 pengujian yang dilakukan untuk mengetahui tingkat keberhasilan dalam pembuatan nanopartikel serta dapat mengetahui fase, ukuran, morfologi yang didapat dari material nanopartikel. Karakterisasi material yang digunakan sebagai berikut :

2.5.1 Scanning Electron Microscopy (SEM)

Scanning Electron Microscopy (SEM) adalah salah satu jenis mikroskop electron yang menggunakan berkas electron untuk menggambarkan profil permukaan benda. Prinsip kerja SEM adalah menembakan permukaan benda dengan berkas electron yang berenergi tinggi. Permukaan benda yang dikenai berkas akan memantulkan kembali berkas tersebut atau menghasilkan elektron sekunder ke segala arah. Tetapi ada satu arah dimana berkas dipantulkan dengan intensitas tertinggi. Detektor didalam SEM mendeteksi electron yang dipantulkan dan menentukan lokasi berkas yang dipantulkan dengan intensitas tertinggi. Arah tersebut memberikan informasi profil permukaan benda seperti seberapa landau dan kemana arah kemiringan. SEM merupakan teknik analisis menggunakan elektron sebagai sumber pencitraan dan medan elektromagnetik sebagai lensanya. Pembesaran SEM yang dalam rentang pembesaran sekitar 100 kali – 300.000 kali

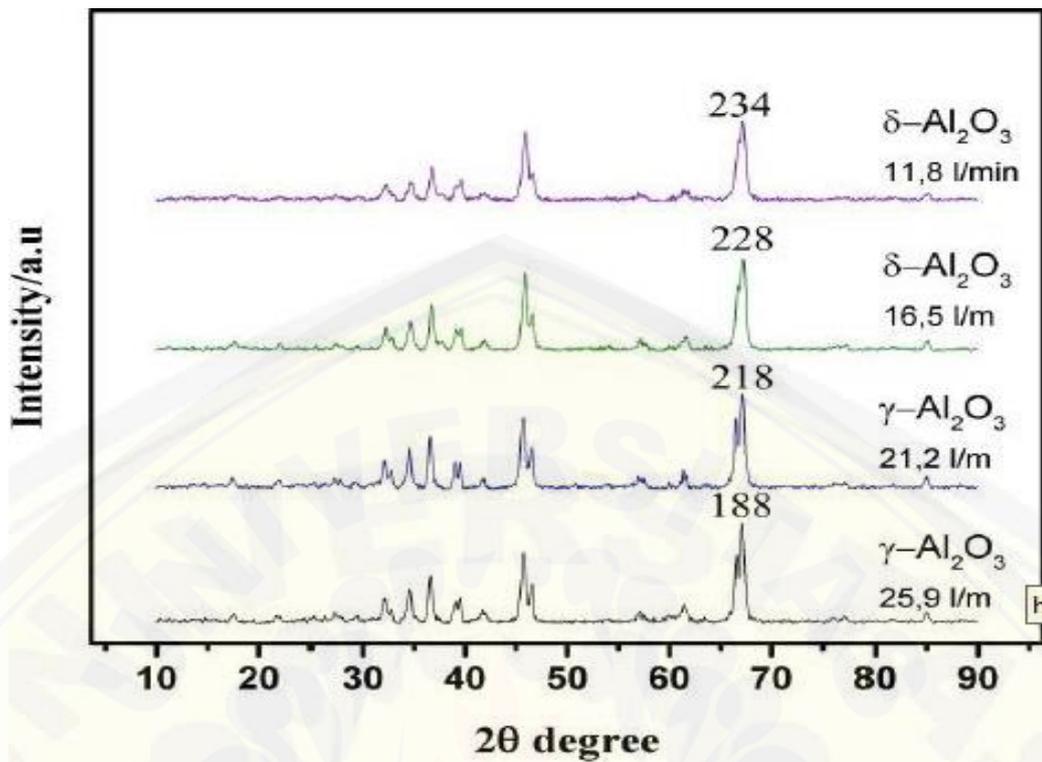
diharapkan dapat mengidentifikasi perubahan pori yang terjadi pada zeolit sebelum dan sesudah modifikasi (Prasetyo, dkk, 2012).



Gambar 2.17 Mesin uji SEM untuk mengetahui bentuk morfologi nanopartikel.

2.5.2 X-Ray Diffraction (XRD)

XRD atau sinar X digunakan untuk tujuan pemeriksaan yang tidak merusak pada material maupun manusia. Disamping itu, sinar X juga dapat digunakan untuk menghasilkan pola difraksi tertentu yang dapat digunakan dalam analisis kualitatif dan kuantitatif material. Sinar X merupakan radiasi elektromagnetik dengan panjang gelombang sekitar 100 pm yang dihasilkan dari penembakan logam dengan elektron berenergi tinggi. Pengamatan (XRD) dilakukan untuk mengetahui fase kristal yang terbentuk pada suatu material padat dengan tujuan untuk memastikan bahwa material sudah memiliki fase *amorf* atau kristal. Pada hasil pengamatan (XRD) yang dihubungkan dengan PC juga dapat mengetahui struktur kristal yang terbentuk, berupa parameter kisi dan jenis struktur (Smallman, R.E. dan Bishop, R.J.,2000).



Gambar 2.18 Hasil pengamatan XRD Nanopartikel Alumina (Rochman H. A., 2017).

Pada pengamatan XRD gambar 2.18 menunjukkan bahwa pada variasi laju aliran oksigen 11.8 l/min diperoleh fase $\delta\text{-Alumina}$, 16,5 l/min dapat memperoleh fase $\delta\text{-Alumina}$, variasi 21,2 l/min memperoleh fase $\gamma\text{-Alumina}$ dan 25,9 l/min memperoleh fase $\gamma\text{-Alumina}$ dan pengamatan ini juga dapat menunjukkan perbandingan fase dari setiap variasi laju aliran oksigen (Rochman H. A., 2017).

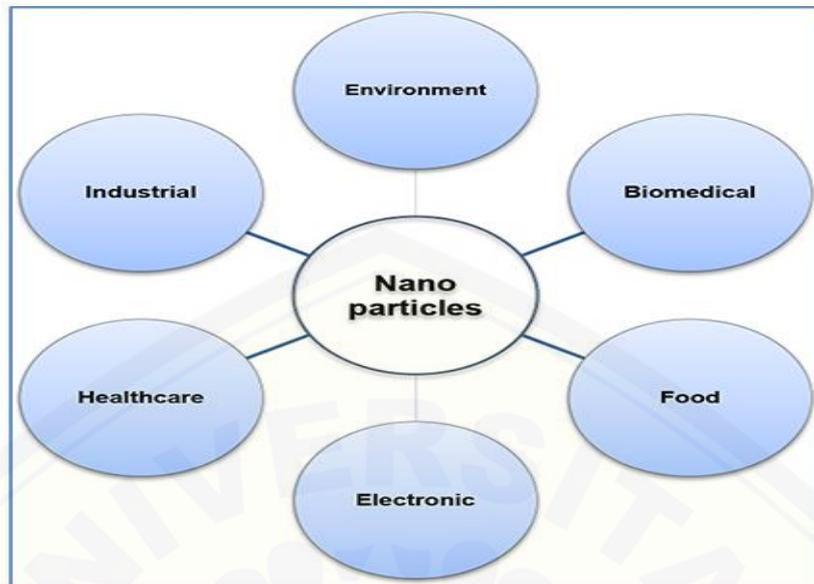
XRD atau X-Ray Diffraction merupakan salah satu alat yang memanfaatkan prinsip dari Hukum Bragg. Hukum Bragg merupakan perumusan matematika tentang persyaratan yang harus dipenuhi agar berkas sinar X yang dihamburkan tersebut merupakan berkas difraksi. Sinar X dihasilkan dari tumbukan antara elektron kecepatan tinggi dengan logam target. Teknik digunakan untuk mengidentifikasi fasa kristalin dalam material dengan cara menentukan parameter struktur kisi serta untuk mendapatkan ukuran partikel.

Dasar prinsip pendifraksian elastis foton-foton sinar-X oleh atom dalam sebuah kisi periodik. Berdasarkan persamaan Hukum Bragg, jika seberkas sinar-X dijatuhkan pada sampel kristal, maka bidang kristal itu akan membiaskan sinar-X yang memiliki panjang gelombang sama dengan jarak antar kisi dalam kristal tersebut. Sinar yang dibiaskan akan ditangkap oleh detector kemudian diterjemahkan sebagai sebuah puncak difraksi. Tiap puncak yang muncul pada pola XRD mewakili satu bidang kristal yang memiliki orientasi tertentu dalam sumbu tiga dimensi. Puncak-puncak yang didapat tersebut kemudian dicocokkan dengan standart difraksi sinar-X untuk hamper semua jenis material. Standart ini disebut JCPDS.

Prinsip kerja XRD secara umum adalah sebagai berikut : XRD terdiri dari tiga bagian utama, yaitu tabung sinar-X, tempat objek yang diteliti , dan detector sinar-X. Sinar-X dihasilkan ditabung sinar-X yang berisi katoda memanaskan filamen, sehingga menghasilkan elektron. Perbedaa tegangan menyebabkan percepatan elektron akan menembaki objek. Ketika elektron mempunyai tingkat energi yang tinggi dan menabrak elektron dalam objek maka dihasilkan pancaran sinar-X. Objek dan detektor berputar untuk menangkap dan merekam intensitas refleksi sinar X dan mengolah data tersebut dalam bentuk grafik.

2.6 Aplikasi Nanopartikel

Nanopartikel mempunyai kegunaan yang sangat melimpah dalam lingkungan manusia sehingga banyak peneliti yang bersaing dalam pengembangan nanopartikel. Nanopartikel ini sangat menguntungkan bagi kalangan industri manufaktur karena nanopartikel dapat diaplikasikan diberbagai bidang yang dapat dilihat pada gambar 2.19 (A. Ahmad, V.N. Kalevaru and M. Andreas,2016).



Gambar 2.19 Aplikasi Nanopartikel (A. Ahmad, V.N. Kalevaru and M. Andreas,2016).

Dapat dilihat dari gambar 2.19 menunjukkan bahwa nanopartikel sudah berkembang dengan sangat pesat dan dapat diaplikasikan diberbagai bidang dalam arti luas. Pada tahun 1700.an nanopartikel hanya dapat digunakan pada tembikar, genteng, dan kaca yang berkualitas tinggi (A. Ahmad, V.N. Kalevaru and M. Andreas,2016).

Sedangkan dalam nanopartikel *Alumina* juga mempunyai beberapa kegunaan pada bidang-bidang tertentu :

1. Elektronik

Pada bidang ini nanopartikel *Alumina* dapat diaplikasikan pada komponen seperti transmisi listrik atau penyangga kabel listrik. Fungsi dari adanya nanopartikel *Alumina* ini agar aman pada saat listrik sedang mengalir. Hal ini karena *Alumina* mempunyai sifat isolator yang baik dimana *Alumina* yang terbentuk pada suhu diatas 1000°C (P. Kathirvel *et al*, 2014).

2. Komposit

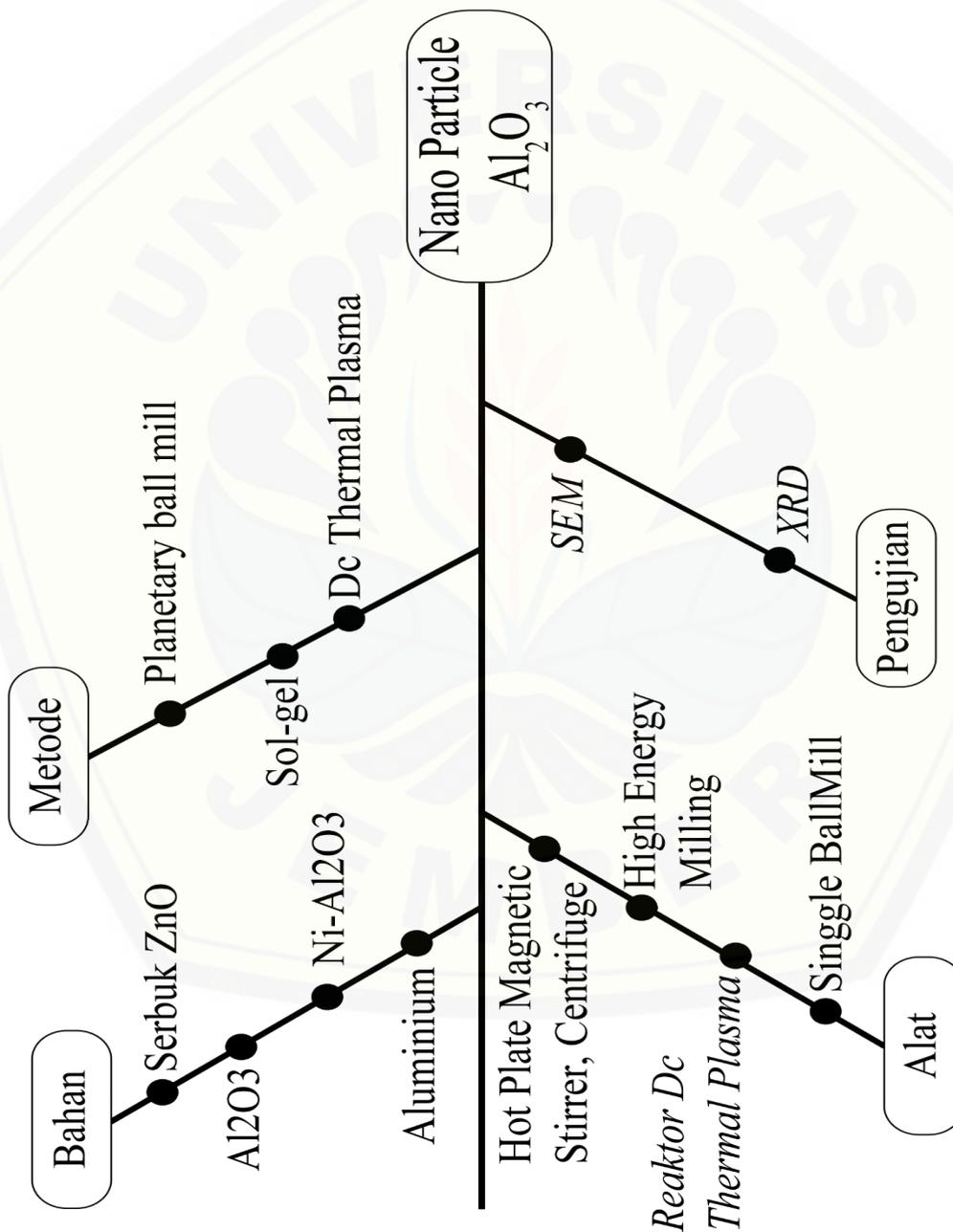
Pada bidang komposit nanopartikel *Alumina* dapat diaplikasikan pada komposit logam yaitu pada bidang otomotif (Safferfield, 1980). Hal ini dikarenakan penggabungan nanopartikel *Alumina* dengan logam yang dipanaskan dengan suhu tertentu. Dalam produk ini *Alumina* berperan sebagai matrik pada logam dimana nanopartikel *Alumina* ini akan berpengaruh pada sifat mekanik material karena *Alumina* sendiri mempunyai sifat kekerasan yang tinggi, thermal yang baik, serta kekuatan mekanik yang baik dan berkualitas (F. Mirjalili, H. Mohamad. L. Chuah, 2011).

3. Pelapisan

Pada bidang pelapisan nanopartikel *Alumina* digunakan sebagai media untuk mencegah terjadinya adanya korosi pada setiap material serta untuk menjaga material tahan dari perlakuan panas sehingga dapat membuat umur material lebih panjang dari semestinya. Dalam hal ini biasanya digunakan pada industri perminyakan dimana media pelapisan ini adalah pencegah utama yang dilakukan agar tidak menghambat dari proses pekerjaan yang ada (M. Daroonparvar *et al*, 2013).

2.7 Diagram Fishbone

Fishbone merupakan sebuah diagram yang menunjukkan perkembangan penelitian yang telah dilakukan paada pembuatan nanopartikel Al_2O_3 menggunakan beberapa metode dan teknik yang berbeda yang dapat dilihat pada Gambar 2.14 dibawah ini:



Gambar 2.20 Dia gram fishbone

BAB 3 METODOLOGI PENELITIAN

3.1 Tempat dan Waktu Penelitian

Penelitian ini meliputi dua kegiatan utama yaitu: penentuan waktu yang akan digunakan pada proses penggilingan dan pembuatan nano alumina, untuk meningkatkan laju produktivitas dari alat. Pembuatan nano alumina menggunakan proses penggilingan *Planetary Ballmill* akan dilakukan di Laboratorium Teknologi Terapan Jurusan Mesin, Fakultas Teknik Universitas Jember.

3.2 Alat dan Bahan

Dalam penelitian ini terdapat beberapa alat dan bahan, serta alat K3 yang digunakan selama proses penelitian. Beberapa peralatan yang digunakan terdapat pada sub dibawah ini:

3.2.1 Alat

a. Alat yang digunakan untuk penelitian ini adalah *Planetary Ballmill* pada gambar dengan spesifikasi sebagai berikut :

- 1) Dimensi : Panjang : 1000mm
: Lebar : 800mm
: Tinggi : 670mm
- 2) Motor : 1.500 watt
3 phase
- 3) Tipe gear transmisi : Z18
Z36
Z45
- 4) Inverter : 3 phase
- 5) Kecepatan maksimum : 750rpm
- 6) volume mangkok : 250L



Gambar 3.1 *Planetar ballmill*

b. Alat Ukur

pada penelitian ini alat ukur yang digunakan antara lain:

1) *Stop Watch*

Stop Watch ini digunakan untuk menghitung lamanya waktu aktual selama proses milling berlangsung. *Stop Watch* yang digunakan dalam penelitian memiliki ketelitian sebesar 0.01 detik

2) Neraca Digital

Neraca Digital ini digunakan untuk mengetahui nilai berat pada bahan dan bola, sehingga dapat menentukan perbandingan berat bola dan bahan yang akan dimasukkan kedalam mangkok milling. Neraca digital yang digunakan pada penelitian ini adalah *Pocket Scale* MH-200 yang mempunyai ketelitian ukuran 0,001 gram.

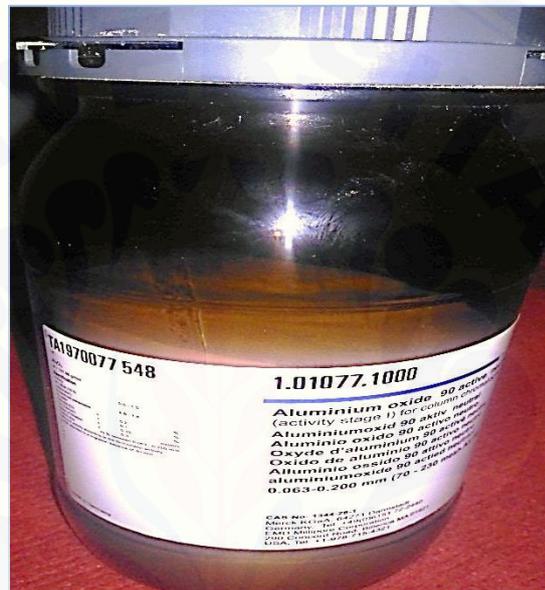
3.2.2 Bahan

Adapun bahan yang digunakan untuk penelitian

Tabel 3.1 Serbuk Alumina(Al_2O_3)

Sifat-sifat	Keterangan
Berat molekul	Al_2O_3 : 101,96 g/mol
Kisi	Heksagonal

Konstanta kisi	$a = 4,7588 \text{ nm}, c = 12,9910 \text{ nm}$
Densitas	3.96 g/cm^3
Konstanta dielektrik	$K = 8$
Titik leleh	$2072 \text{ }^\circ\text{C}$
Titik didih	$2977 \text{ }^\circ\text{C}$
Kode katalog	1.01077.1000



Gambar 3.2 Bahan Al_2O_3 dengan berat 1 kg

3.3 Prosedur penelitian

3.3.1 pembuatan nanopartikel Alumina

1. Menyiapkan alat dan mengukur bahan dengan mesh.
2. Menyiapkan mesin *planetary ballmill*.
3. Menyiapkan bola dengan diameter 5 mm dan 10 mm.



Gambar 3.3 Bola penumbuk dengan ukuran 5 mm dan 10 mm

4. Menimbang bahan Alumina dengan ukuran 63-200 mikro dengan berat 30 gram dan menimbang bola ukuran 5 mm dan 10 mm guna memperoleh perbandingan berat bola terhadap serbuk 10:1



Gambar 3.4 Penimbangan bahan dan bola dengan ratio 1 : 10

5. Memasukkan serbuk alumina dan bola penggiling kedalam mangkok yang telah diletakkan diplat penyangga mangkok.



Gambar 3.5 Mangkok yang sudah diletakkan plat penyangga

6. Tutup mangkok dan pengaman
7. Lakukan pengulangan pengujian dengan 3 variasi waktu (3 jam, 5 jam dan 7 jam)
8. Mematikan mesin dan kemudian mengumpulkan sample dan dilakukan penimbang tiap sample dari variasi waktu penggilingan.
9. Mengambil sample pada wadah penyaring dan meletakkan kedalam wadah sample.
10. Untuk proses terakhir mengamati hasil nanopartikel dengan pengujian SEM lalu dilanjutkan pengujian XRD

3.3.2 Pengamatan sampel

a. SEM (*Scanning Electron Microscopy*)

Pengamatan sampel dilakukan menggunakan SEM (*Scanning Electron Microscopy*) untuk mengetahui ukuran diameter pada nanopartikel alumina. Pengamatan menggunakan SEM dilakukan di Lab. Mineral dan Material Maju FMIPA Universitas Negeri Malang (UM)



Gambar 3.6 Alat SEM merk FEI tipe INSPECT-S50

b. XRD (*X-Ray Diffraction*)

Pengamatan sampel yang dilakukan dengan XRD untuk mengetahui fase dari nanopartikel alumina. Serta untuk mengetahui susunan partikel dari alumina

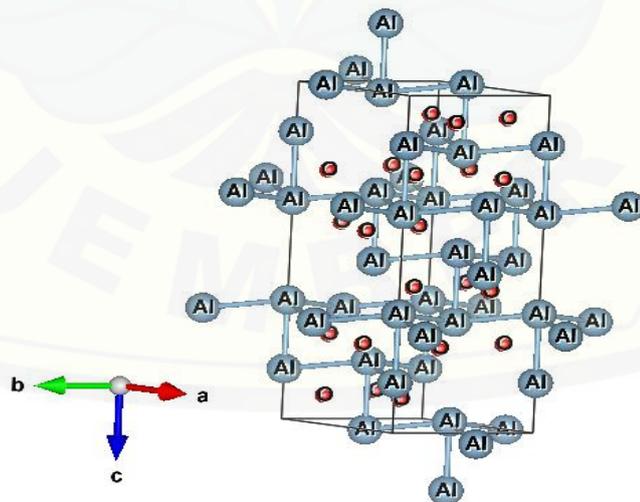
pengujian XRD dilakukan di Jurusan Teknik Material dan Metalurgi FTI Institut Teknologi Sepuluh November Surabaya (ITS).



Gambar 3.7 Alat uji XRD

c. VESTA (*Student Version*)

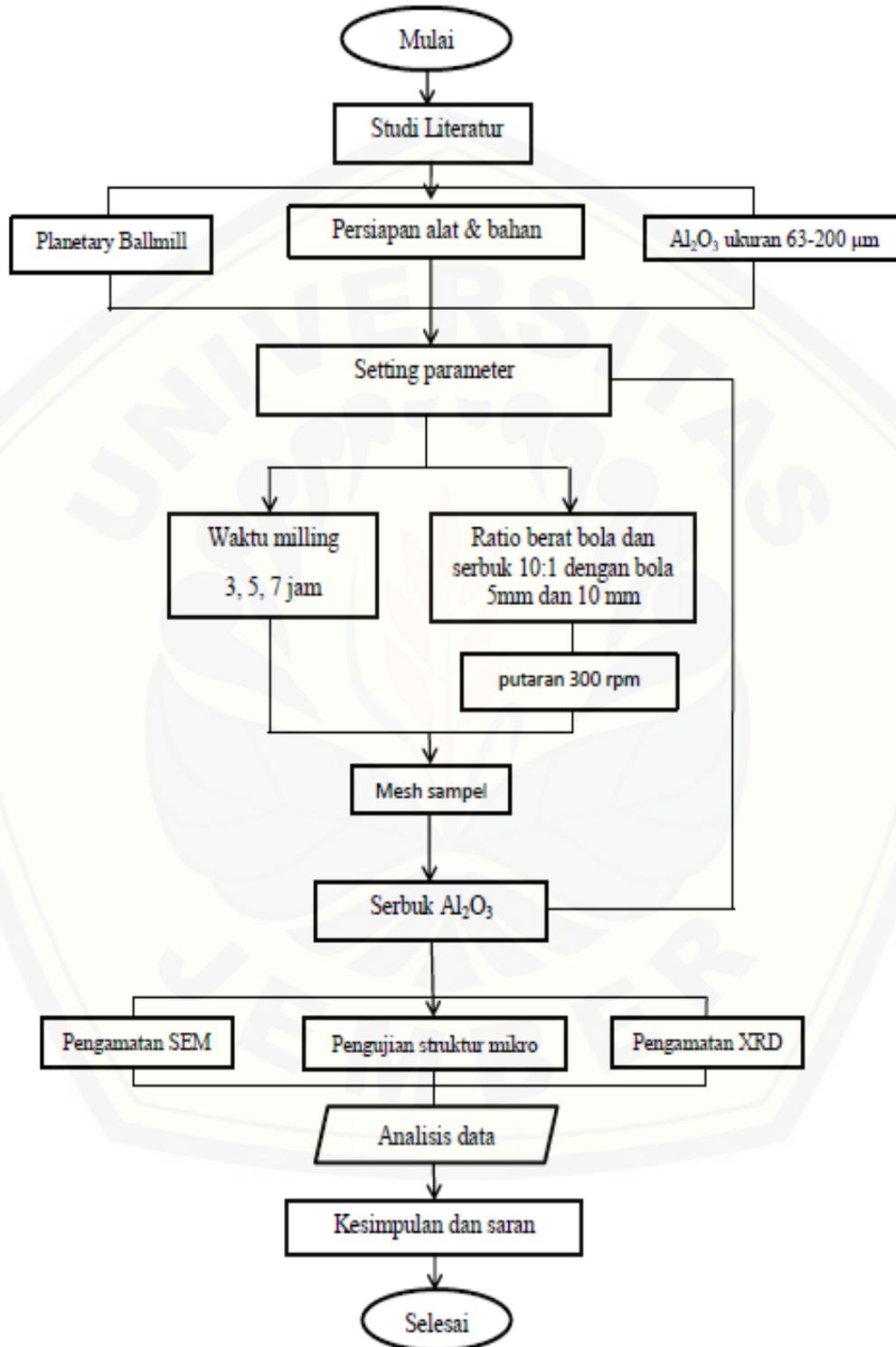
VESTA merupakan sebuah sistem visualisasi tiga dimensi, Batas gambar didefinisikan oleh rentang sepanjang sumbu x, y dan z serta bidang kisi. Untuk mengetahui formasi kristal dari bahan yang sudah dilakukan penggilingan digunakan aplikasi vesta dengan cara memasukkan data bahan yang sudah di xrd maka akan keluar gambar sesuai data dari peak list xrd seperti pada gambar 3.8



Gambar 3.8 Formasi kristal Al_2O_3 dengan aplikasi VESTA (*Student Version*)

3.4 Diagram Alir Penelitian

Prosedur penelitian disajikan dalam bentuk flowchart pada gambar 3.9



Gambar 3.9 Diagram Alir Penelitian

BAB 5. KESIMPULAN

5.1 Kesimpulan

Berdasarkan hasil penelitian yang telah dilakukan maka dapat disimpulkan bahwa:

- 1) Ukuran Kristal yang didapatkan dari variasi milling 7 jam dengan nilai *hkl* tertinggi yaitu 166,73 nm.
- 2) Hasil pengujian XRD serta memasukkan nilai ke dalam software *Vesta (Student Version)* menunjukkan struktur kristalin yang terbentuk adalah *hexagonal*.
- 3) Nilai parameter kisi kristalin nanopartikel Al₂O₃ variasi milling 7 jam yang dihasilkan adalah $a=0,63847$ nm dan $c=1,42264$ nm.
- 4) Dari 3 variasi waktu yaitu 3 jam, 5 jam, dan 7 jam milling dapat terlihat bahwa waktu 7 jam milling penurunan ukuran sangat signifikan dan merupakan waktu terbaik untuk milling.

5.2 Saran

Penelitian ini perlu dikembangkan lagi untuk menghasilkan nanopartikel *Aluminium Oxide* yang memiliki karakteristik yang optimum, maka:

- 1) Penggunaan waktu yang tepat serta ratio berat bola dengan serbuk agar optimal untuk penggilingan.
- 2) Penggunaan pengujian TEM guna untuk menghitung ukuran partikel serta bentuk partikel yang dihasilkan.

DAFTAR PUSTAKA

- A. Amirsalari dan S. Farjami Shayesteh. (2015). *Effects of pH and calcination temperature on structural and optical properties of alumina nanoparticles*. ELSEVIER, 2.
- Adityawarman, D. (2009). Peranan Nanoteknologi dalam Menunjang Ketahanan Pangan, *Artikel Seminar Nanoteknologi, Semarang*
- Afif. H. F., (2008). Studi Pra-feasibilitas dengan sirkuit benefisi logam tanah jarang berbasis pasir monazite. Depok: Fakultas Teknik Universitas Indonesia.
- Ahmad Alshammari, V. Narayana Kalevaru and Andreas Martin. (2016). *Metal Nanoparticles as Emerging Green Catalysts*. Intech, 1.
- Ahmad Faisal, 2007. Pengaruh Penambahan Al_2TiO_5 pada Pembuatan Keramik Al_2O_3 terhadap Sifat Fasis dan Mikrostrukturnya (Tesis). Medan: Universitas Sumatra Utara.
- Andry Adhe Putra, 2010. Studi Penentuan Kadar Fe_2O_3 Dalam Alumina yang Digunakan Sebagai Bahan Baku Di PT Inalum Dengan Metode Spektrofotometri. Skripsi. Departemen Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Sumatera Utara Medan.
- Arribart, H., and Bernadette, B.V. 2001. *The Dibern Institute History of Science and Technology*.
- Arryanto, Y., Amini, S., dan Rosyid, M. F. (2007) *IPTEK Nano di Indonesia : Terobosan, Peluang dan Strategi*, edisi 1, 12-35, Diglossia, Yogyakarta
- Ashby. (2009). *Nanomaerials, Nanotechnologies and Design*. Elsevier, 554.
- Beitollahi, A., Hosseini, H., and Sapoorki, H. (2010). Synthesis and characterization of Al_2O_3 - ZrO_2 nanocomposite powder by sucrose process. *Journal of Material Science: Material in Electronics*. Vol. 21, pp. 130-136.
- Ching, W.-Y. (2016). *Electronic and optical properties of U- Al_2O_3 and comparison to a- Al_2O_3* . *PHYSICAL REVIEW B*, 3.
- Christine. F dan Aron. K., (2013). *Process engineering with planetary ball mills*. Germany: Chemical Society Reviews, 42(18). Technische Universitat Braunschweig, Institute for Particle Technology. RSC Publishing.

- Dutta J dan Hofmann H. 2005. *Nanomaterials*. Ebook: 37-39.
- F. Mirjalili, H. Mohamad, L. Chuah. (2011). Preparation of nano-scale α -Al₂O₃ powder by the sol-gel method. *Ceramics – Silikáty*, 1.
- Fahlefi Nur Diana, 2010. Simulasi Dengan Metode Monte Carlo Untuk Proses Pembuatan Nanomaterial Menggunakan Ball Mill. [Skripsi]. Depok: Universitas Indonesia.
- Frank R. FERET, Daniel ROY, Clermont BOULANGER Alcan International Ltd., Arvida Research and Development Center Jonquière, Québec G7S 4K8. (2000). *Determination of alpha and beta alumina in ceramic alumina by X-ray diffraction*
- <http://fathul-ilmi.blogspot.com/2013/09/my-research-activity.html>
- Ghababazade, R., Mirhabibi, A., Pourasad, J., Brown, A., Brydson, A., Amiri, M. J. 2007. Study of the phase composition and stability of explosive synthesis nanosized Al₂O₃. *Journal Surface Science*. Vol. 601, pp. 2864.
- Hudson, L. K., Misra, C., Perrotta, Anthony J., Wefers, K., and Williams, F. S. 2002. Aluminum Oxide. *Ullmann's Encyclopedia of Industrial Chemistry, Wiley-VCH, Weinheim*. Vol. 10, pp. 557.
- Irpan Septian. 2010. Pengaruh milling terhadap peningkatan kualitas pasir besi sebagai bahan baku industri logam. [Skripsi]. Jakarta: Universitas Islam Negeri Syarif Hidayatullah Jakarta, Program Sarjana S-1.
- J. M. McHale. (1997). Surface Energies and Thermodynamic Phase Stability in Nanocrystalline Aluminas. *Science*, Vol. 277 (8), p. 277-788.
- James, R.C. 2007. *Introduction to X-Ray Powder Diffraction*. pp. 1-9.
- Jitendra Gangwar. (2015). Phase dependent thermal and spectroscopic responses of different morphogenesis of Al₂O₃ nanostructures. *nanoscale*, 7.
- K. Jiang. (2010). *Ab initio study of effects of substitutional additives on the phase stability of γ -alumina*. *Journal of Physics: Condensed Matter*, Vol 22, 505502.
- K. P. Jayadevan dan T. Y. Tseng. (2004). *Oxide Nanoparticles*. Taiwan: ENN-Encyclopedia of Nanoscience and Nanotechnology.
- Khamirul Amin Matori et al. (2012). *Phase Transformations of α -Alumina Made from Waste Aluminum via a Precipitation Technique*. *Molecular Sciences*, 2.

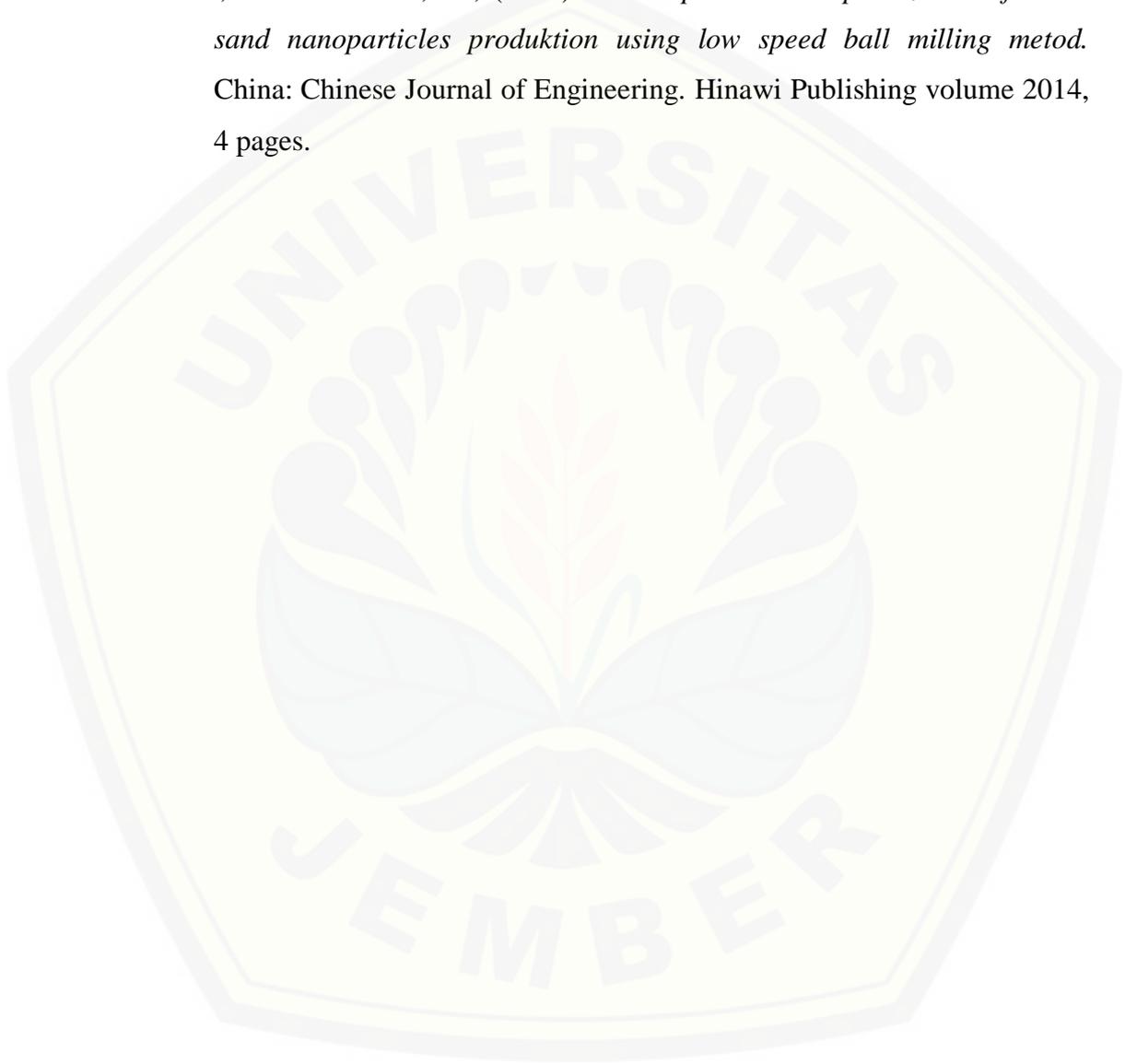
- Knozinger, H., Ratnasamy, and Catal, P. 1978. Pulse Electric Current Sintering and Strength of Sintered Al₂O₃ Using γ -Alumina Powders Prepared by the Sol-Gel Method. *Journal of Science Engineering*. Vol. 17, pp. 31.
- M. Broseghinia, L. Gelisioa, M. D'Incaua, C.L. Azanza Ricardoa, N.M. Pugnob,c,d, P. ScardiaaDepartment. 2015. Modeling of the planetary ball-milling process: The case study of ceramic powders. *Journal of the European Ceramic Society*.
- M. Daroonparvar *et al.* (2013). *Improvement of Thermally Grown Oxide Layer in Thermal Barrier Coating Systems with Nano Alumina as Third Layer*. Malaysia: Elsevier Ltd.
- M. Ramezani, T. Neitzert. 2012. Mechanical milling of aluminum powder using planetary ball milling process. *Journal of Achievements in materials and manufacturing engineering*. Vol 55 issue 2
- Mirjalili, F., Hasmaliza, M., Luqman, C. 2011. Preparation of Nano Scale α -Al₂O₃ Powder by the Sol Gel Method. *Ceramics Silikaty*. Vol. 55, No. 4, pp.378-383.
- Nurdiana, Fahlefi. 2010. Simulasi dengan Metode Monte Carlo untuk Proses Pembuatan Nano Material Menggunakan Ball Mill. Fakultas MIPA Universitas Indonesia. Depok.
- Pandu Purno. 2013. Sintesis α -Fe₂O₃ Menggunakan Metode Sol-Gel. Departemen Fisika. Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam. Institut Pertanian Bogor.
- Poole *et al.* (2003). *Magnetic Nanoparticles. Dalam S. P. Gubin, Magnetic Nanoparticles (hal. 1-2). Moscow, Russia: Wiley-VCH*.
- Prasteyo A, Nafsiati R, Kholifah, S.N, Botianovi A. 2012. *Analisis Permukaan Zeloid Alam Malang yang Mengalami Modifikasi Pori Dengan Uji SEM-EDS*. UIN Maulana Malik Ibrahim Malang.
- P. Kathirvel. (2014). Preparation and characterization of alpha alumina nanoparticles by in-flight oxidation of flame synthesis. *Elsevier*, 1.
- Reynen,P.Bastirus.1986.Powder Metallurgy Internasional.Vol 8 no. 2
- Rochman, H. A. (2017). Pengaruh Laju Aliran Oksigen pada *DC Thermal Plasma Terhadap Karakteristik Nanopartikel Alumina*. 61.
- S. Balaraman, B. Iruson , S. Kandasamy. (2013). Phase Transition Behavior of Nanocrystalline Al₂O₃ Powders. *scientific Research*, 1.

- S.R. Chauruka, A.Hassanpour, R.Brydson, K.J.Roberts, M.Ghadiri, H.Stitt. 2015. Effect of mill type on the size reduction and phase transformation of gamma alumina. *Chemical Engineering Science*.
- Salahuddin Junus, Sumarji, Robertus Sidartawan, and Denni Riyanto. (2019) Influence of Magnesium on Hardness and Microstructure of ADC 12 Alloy Produced by Gravity Casting Method. *Materials Science Forum*. Vol. 951, pp 101-105
- Sardjono, Prijo.2013. Analisis Struktur Kristal dan Mikrostruktur Serbuk Nd₂Fe₁₄B Hasil Proses Mechanical Alloying. Prosiding Pertemuan Ilmiah XXVII HFI Jateng & DIY, Solo, 23 Maret 2013 ISSN : 0853-0823
- Satterfield, C. N.(1980) *Heterogeneous Catalysis in Practice*; McGraw-Hill: New York.
- Singh, I. B *et al.* (2015). *Sol-gel Synthesis of Nanoparticle of Gamma and Their Application in Defluoridation of Water*. Springer US, 1-7.
- Smallman, R.E. dan Bishop, R.J. (2000). *Metalurgi Fisik Modern dan Rekayasa Material*. Jakarta: Erlangga.
- Sumadiyasa etc. 2018. Determining Crystallite Size Using Scherrer Formula, Williamson-Hull Plot, and Particle Size with SEM
- Takashi Shirai. (2009). Structural Properties and Surface Characteristics on Aluminum Oxide Powders. *Ceramics Research Laboratory*, 1.
- Teodoro Stadler, Micaela Buteler, David K Weaver, Stephen Sofie. 2012. Comparative toxicity of nanostructures alumina and a commercial inert dust for sitophilus oryzae (L) and Rhyzoprtha dominica (F) at varying ambient humidity levels. *Journal of stored product research*. Vol. 48. Pp:81-90.
- Utami Irawati, Sunardi, Suraida. 2013 Synthesis and Characterization Gamma Alumina (γ -Al₂O₃) from Kaolin of Tatakan, South Kalimantan Based on Temperature Variation of Calcination Vol. 8. No. 1.
- W. E. Lee dan P. D. Lagerlof. (1985). Structural and Electron Diffraction Data for Sapphire (α -Al₂O₃). *Journal of Electron Microscopy Technique*, Volume 2 hal 247-258.
- Widya Susanti. (2015). Efek Milling Time Terhadap Sifat Fisis dan Mikrostruktur dari Serbuk BaFe₁₂O₁₉ Dengan Al₂O₃ Sebagai Aditif. Skripsi. Departemen Fisika Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Sumatera Utara Medan.

Xu, Z., Xiao, F.S., Purnell, S.K., Alexeev, O., Kawi, S., Deutsch, S.E., and Gates, B. C.

Sol-gel synthesis of transparent alumina gel and pure gamma alumina by urea hydrolysis of alumina nitrate *Journal Material Science*. 1994. Vol. 372, pp. 346.

Zulhairi, R dan Othman, M., (2014). *Proses parameters optimization of silika sand nanoparticles produktion using low speed ball milling metod*. China: Chinese Journal of Engineering. Hinawi Publishing volume 2014, 4 pages.



LAMPIRAN

Lampiran 1

XRD

- 1) Perhitungan ukuran kristal variasi 7 jam milling

$$\begin{aligned}\beta &= \frac{FWHM}{2} \times \frac{\pi}{180} \\ &= \frac{0,1003}{2} \times \frac{3,14}{180} \\ &= 0,0014575 \text{ radian}\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}D &= \frac{K \cdot \lambda}{\beta \cdot \cos \theta} \\ &= \frac{0,9 \cdot 0,154}{0,000875 \cdot \cos 17,60} \\ &= 166,19 \text{ nm}\end{aligned}$$

- 2) Perhitungan ukuran kristal variasi 7 jam milling

$$\begin{aligned}\beta &= \frac{FWHM}{2} \times \frac{\pi}{180} \\ &= \frac{0,1003}{2} \times \frac{3,14}{180} \\ &= 0,0014575 \text{ radian}\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}D &= \frac{K \cdot \lambda}{\beta \cdot \cos \theta} \\ &= \frac{0,9 \cdot 0,154}{0,000875 \cdot \cos 21,71} \\ &= 166,59 \text{ nm}\end{aligned}$$

- 3) Perhitungan ukuran kristal variasi 7 jam milling

$$\begin{aligned}\beta &= \frac{FWHM}{2} \times \frac{\pi}{180} \\ &= \frac{0,1003}{2} \times \frac{3,14}{180} \\ &= 0,0014575 \text{ radian}\end{aligned}$$

$$D = \frac{K \cdot \lambda}{\beta \cdot \cos \theta}$$

$$\begin{aligned} &= \frac{0,9 \cdot 0,154}{0,000875 \cdot \cos 18,045} \\ &= 166,73 \text{ nm} \end{aligned}$$

4) Perhitungan parameter kisi kristal nanopartikel Al₂O₃

Untuk mendapatkan nilai parameter kisi kristal nanopartikel Al₂O₃, maka perlu kita hitung menggunakan rumus *Cohen* yang bisa dilihat pada table dibawah.

$$C = \frac{\lambda^2}{3a^2}, a = (h^2 + hk + k^2), B = \frac{\lambda^2}{4c^2}, \gamma = l^2, A = \frac{D}{10}, \text{ dan } \delta = 10 \sin^2 2\theta$$

Peak	h	k	l	2e	e	α	α^2	Γ	γ^2	$\alpha \cdot \gamma$	$\sin e$	$\sin^2 e$	$\sin 2e$	$\sin^2 2e$	δ	δ^2	$\gamma\delta$	$\alpha\delta$	$\alpha\sin 2e$	$\gamma\sin 2e$	c
	0	1	2	25,6	12,8	1	1	4	16	4	0,23151	0,053597	0,450441	0,202897	2,028967	4,116708	8,115869	2,028967	0,053597	0,214387	0,108746
	1	0	4	25,82	12,91	1	1	16	256	16	0,336907	0,113506	0,634421	0,40249	4,024895	16,19978	64,39833	4,024895	0,113506	1,816096	0,45685
	1	1	0	26,01	13,035	3	9	0	0	0	0,451664	0,204	0,768989	0,591345	5,913447	34,96886	0	17,74034	0,612001	0	1,206345
	0	0	6	26,2	13,01	0	0	36	1296	0	0,51616	0,266421	0,875881	0,767168	7,671677	58,85462	276,1804	0	0	9,59115	2,043895
	1	1	3	26,34	13,17	3	9	9	81	27	0,567634	0,322209	0,934645	0,873561	8,735609	76,31086	78,62048	26,20683	0,966626	2,899877	2,814688
	2	0	2	26,65	13,325	4	16	4	16	16	0,687927	0,473244	0,998567	0,997136	9,971365	99,42811	39,88546	39,88546	1,892976	1,892976	4,718889
	0	2	4	34,35	17,175	4	16	16	256	64	-0,99462	0,989273	0,206033	0,04245	0,424496	0,180197	6,791932	1,697983	3,95709	15,82836	0,419942
	1	1	6	34,62	17,31	3	9	36	1296	108	-0,99951	0,999024	-0,06244	0,003899	0,038988	0,00152	1,403559	0,116963	2,997073	35,96488	0,03895
	2	1	1	34,74	17,37	1	1	1	1	1	-0,99584	0,991698	-0,18147	0,032931	0,329313	0,108447	0,329313	0,329313	0,991698	0,991698	0,326579
	1	2	2	34,84	17,42	7	49	4	16	28	-0,99004	0,980183	-0,27874	0,077695	0,776954	0,603658	3,107817	5,43868	6,861284	3,920734	0,761558
	0	1	8	34,91	17,455	1	1	64	4096	64	-0,98451	0,96926	-0,34523	0,119182	1,191818	1,42043	76,27634	1,191818	0,96926	62,03261	1,155181
	2	1	4	35,06	17,53	7	49	16	256	112	-0,9686	0,938195	-0,4816	0,23194	2,319397	5,379602	37,11035	16,23578	6,567367	15,01112	2,176047
	3	0	0	35,21	17,605	9	81	0	0	0	-0,94725	0,89729	-0,60716	0,368643	3,686426	13,58974	0	33,17784	8,07561	0	3,307793
	1	2	5	35,48	17,74	7	49	25	625	175	-0,8955	0,801922	-0,7971	0,635372	6,353718	40,36973	158,8429	44,47602	5,613456	20,04806	5,095188
	2	0	8	35,67	17,835	4	16	64	4096	256	-0,84925	0,721219	-0,8968	0,804249	8,042485	64,68157	514,7191	32,16994	2,884876	46,15802	5,800394
	1	0	10	35,89	17,94	1	1	100	10000	100	-0,78923	0,622886	-0,97174	0,944273	9,442728	89,16511	944,2728	9,442728	0,622886	62,28857	5,881741
	1	1	9	37,41	18,7	3	9	81	6561	243	-0,149	0,022201	-0,2851	0,081283	0,812826	0,660686	65,83891	2,438478	0,066602	1,798257	0,018045
	2	1	7	37,53	18,76	7	49	49	2401	343	-0,08944	0,007999	-0,16831	0,028327	0,283272	0,080243	13,88034	1,982906	0,05592	0,391943	0,002266
	2	2	0	37,67	18,83	12	144	0	0	0	-0,01955	0,000382	-0,02911	0,000847	0,008473	7,18E-05	0	0,101671	0,004589	0	3,24E-06
	0	3	6	37,83	18,91	9	81	36	1296	324	0,060407	0,003649	0,130515	0,017034	0,170341	0,029016	6,132276	1,533069	0,032841	0,131365	0,000622
	2	2	3	38,01	19	12	144	9	81	108	0,149877	0,022463	0,305904	0,093577	0,935775	0,875674	8,421972	11,2293	0,269558	0,202169	0,02102
	1	3	1	38,16	19,08	13	169	1	1	13	0,715418	0,511823	0,444744	0,197797	1,97797	3,912366	1,97797	25,71361	6,653698	0,511823	1,012371
	3	1	2	38,55	19,27	13	169	4	16	52	0,408166	0,166599	0,751866	0,565303	5,653029	31,95674	22,61212	73,48938	2,165792	0,666398	0,941791
	1	2	8	41,68	20,84	7	49	64	4096	448	0,913233	0,833994	-0,74417	0,553793	5,53793	30,66867	354,4275	38,76551	5,837955	53,37559	4,618599
	0	2	10	42,6	21,3	4	16	100	10000	400	0,637423	0,406308	-0,98229	0,964887	9,648869	93,10068	964,8869	38,59548	1,62523	40,63076	3,920409
	0	0	12	42,79	21,39	0	0	144	20736	0	0,56559	0,319892	-0,92922	0,86345	8,634503	74,55465	1243,368	0	0	46,06446	2,76211
	1	3	4	42,92	21,46	13	169	16	256	208	0,506524	0,256567	-0,87348	0,762961	7,629607	58,2109	122,0737	99,18489	3,335365	4,105065	1,957502
	3	1	5	43,06	21,53	13	169	25	625	325	0,444977	0,198005	-0,79699	0,635195	6,351949	40,34726	158,7987	82,57534	2,574059	4,950113	1,257715
	2	2	6	43,42	21,71	12	144	36	1296	432	0,277459	0,076984	-0,53313	0,284229	2,842287	8,078597	102,3223	34,10745	0,923804	2,771412	0,21881
	0	4	2	43,63	21,81	16	256	4	16	64	0,180159	0,032457	-0,34505	0,119063	1,190628	1,417595	4,762512	19,05005	0,519319	0,12983	0,038645
							1876		69688	3931						849,2721	5279,558	662,9307	67,24411	434,3877	53,08269

Tabel D. 1 Perhitungan Parameter Kisi Al₂O₃

Setelah menghitung menggunakan rumus diatas maka langkah selanjutnya adalah menghitung nilai C, B dan A menggunakan rumus yang ada dibawah. Nilai C, B dan A dapat diperoleh dari 3 persamaan:

$$\sum \alpha \sin^2 \theta = C \sum \alpha^2 + B \sum \alpha \gamma + A \sum \alpha \delta$$

$$\sum \gamma \sin^2 \theta = C \sum \alpha \gamma + B \sum \gamma^2 + A \sum \gamma \delta$$

$$\sum \delta \sin^2 \theta = C \sum \alpha \delta + B \sum \gamma \delta + A \sum \delta^2$$

Lalu hasil pada tabel disubstitusikan pada rumus diatas.

$$67,2441 = 1876 C + 3931 B + 662,931 A$$

$$67,2441 = 3931 C + 69688 B + 662,931 A$$

$$67,2441 = 662,931 C + 5279,56 B + 849,272 A$$

Lalu nilai C, B dan A diatas dihitung menggunakan determinan matriks Ax=B seperti yang dicontohkan dibawah.

$$|A| = \begin{bmatrix} 1876 & 3931 & 662,9307 \\ 3931 & 69688 & 5279,558 \\ 662,9307 & 5279,558 & 849,2721 \end{bmatrix} = 42505165232$$

Lalu determinankan lagi menjadi A= |A1|

$$|A1| = \begin{bmatrix} 67,24411 & 3931 & 662,9307 \\ 434,3877 & 69688 & 5279,558 \\ 53,08269 & 5279,558 & 849,2721 \end{bmatrix} = 824930599,1$$

Lalu determinankan sekali lagi menjadi |A1| = |A2|

$$|A2| = \begin{bmatrix} 1876 & 67,24411 & 662,9307 \\ 3931 & 434,3877 & 5279,558 \\ 662,9307 & 53,08269 & 849,2721 \end{bmatrix} = 124614993,2$$

Nilai C didapatkan dari rumus dibawah.

$$C = \frac{|A1|}{|A|} = 0,01941$$

Nilai B didapatkan dari rumus dibawah.

$$B = \frac{|A2|}{|A|} = 0,00293$$

Nilai parameter kisi kristal nanopartikel ZnO a dan c didapatkan dengan rumus dibawah.

Parameter kisi a :

$$a = \frac{\lambda}{\sqrt{3} \cdot \sqrt{C}}$$
$$a = \frac{0,154}{\sqrt{3} \cdot \sqrt{0,01941}} = 0,63847$$

Parameter kisi c :

$$c = \frac{\lambda}{\sqrt{2} \cdot \sqrt{B}}$$
$$c = \frac{0,154}{2 \cdot \sqrt{0,00293}} = 1,42264$$