



**PENGARUH *DISK ROTATION SPEED* DAN DIAMETER
GRINDING BALL DENGAN METODE *PLANETARY BALL*
MILL TERHADAP KARAKTERISTIK NANOPARTIKEL ZnO**

SKRIPSI

Oleh :

Ali Aqsho Hudzaifi

NIM 161910101017

PROGRAM STUDI STRATA 1 TEKNIK MESIN

JURUSAN TEKNIK MESIN

FAKULTAS TEKNIK

UNIVERSITAS JEMBER

2020



**PENGARUH *DISK ROTATION SPEED* DAN DIAMETER
GRINDING BALL DENGAN METODE *PLANETARY BALL*
MILL TERHADAP KARAKTERISTIK NANOPARTIKEL ZnO**

SKRIPSI

ditujukan guna melengkapi skripsi dan memenuhi salah satu syarat untuk menyelesaikan
Program Studi Teknik Mesin (S1) dan mencapai gelar Sarjana Teknik

Oleh :

Ali Aqsho Hudzaifi

NIM 161910101017

**PROGRAM STUDI STRATA 1 TEKNIK MESIN
JURUSAN TEKNIK MESIN
FAKULTAS TEKNIK
UNIVERSITAS JEMBER**

2020

PERSEMBAHAN

Alhamdulillah, puji syukur kehadiran Allah SWT atas nikmat dan karunia-Nya yang telah melimpahkan rahmat yang tak ternilai sehingga saya bisa menyelesaikan penelitian ini. Banyak doa, semangat dan bantuan yang penulis dapatkan dari berbagai pihak dalam melangsungkan penelitian. Akhirnya, skripsi ini dipersembahkan untuk:

1. Allah SWT, yang Maha Pengasih lagi Maha Penyayang;
2. Nabi besar Muhammad SAW, yang menjadi suri teladan bagi seluruh umat;
3. Kedua orang tua yakni Bapak H. Achmad Junari dan Ibu Sri Wahyuningsih yang selalu membimbing dan mendidik saya. Serta adikku Agung Faisal Amin dan M. Imam Tri Utomo.
4. Ir. Franciscus Xaverius Kristianta M.Eng selaku dosen pembimbing utama dan Dr. Ir. Salahuddin Junus S.T., M.T selaku dosen Pembimbing anggota yang telah membimbing saya, baik memberikan motivasi, serta arahan selama riset dan penulisan skripsi ini hingga selesai.
5. Seluruh anggota tim riset MaGNIFIED 1 dan 2 yang membimbing dan memberikan masukan untuk menyelesaikan skripsi.
6. Elok Nurul Faizah dan Yahya Prianggoro teman satu perjuangan kuliah yang memberikan semangat.
7. Mas Abduh, Silfi, Haris, Vito, Asyari, Adit, seluruh penghuni Laboratorium Uji Material Terima kasih telah memberikan saran-saran.
8. Rosida Amalia Nurul Qoyima yang selalu memberikan semangat.
9. Untuk seluruh teman-teman Mesin 2016 (M18) yang telah menjadi keluarga selama kuliah.
10. Para guru sejak Taman Kanak-kanak hingga Perguruan Tinggi yang terhormat, terima kasih telah memberikan ilmu;
11. Serta rekan-rekan yang penulis kenal dan rekan-rekan yang membaca serta menjadikan skripsi ini sebagai referensi. Terima kasih untuk segalanya.

MOTTO

“Lelah Boleh Menyerah Jangan”

-Ali A. H-

“Solidarity M Forever”

-M18-



PERNYATAAN

Saya yang bertanda tangan dibawah ini:

Nama : Ali Aqsho Hudzaifi

NIM : 161910101017

Menyatakan dengan sesungguhnya bahwa karya ilmiah yang berjudul “Pengaruh *Disk Rotation Speed* Dan Diameter *Grinding Ball* Dengan Metode *Planetary Ball mill* Terhadap Karakteristik Nanopartikel ZnO” adalah benar-benar hasil karya sendiri, kecuali kutipan yang sudah saya sebutkan sumbernya, belum pernah diajukan pada industri manapun dan bukan karya jiplakan. Saya bertanggung jawab penuh atas keabsahan dan kebenaran isinya sesuai dengan sikap ilmiah yang harus dijunjung tinggi.

Demikian pernyataan ini saya buat dengan sebenarnya, tanpa adanya tekanan dan paksaan dari pihak manapun serta bersedia mendapatkan sanksi akademik jika ternyata di kemudian hari pernyataan ini tidak benar.

Jember, 20 Oktober 2020

Yang menyatakan,

Ali Aqsho Hudzaifi

NIM 161910101017

SKRIPSI

PENGARUH *DISK ROTATION SPEED* DAN DIAMETER *GRINDING BALL* DENGAN METODE *PLANETARY BAL LMILL* TERHADAP KARAKTERISTIK NANOPARTIKEL ZNO

Oleh

Ali Aqsho Hudzaifi

NIM 161910101017

Pembimbing:

Dosen Pembimbing Utama : Ir. Franciscus Xaverius Kristianta, M.Eng.

Dosen Pembimbing Anggota : Dr. Ir. Salahuddin Junus, S.T., M.T.

PENGESAHAN

Skripsi berjudul “Pengaruh *Disk Rotation Speed* Dan Diameter *Grinding Ball* Dengan Metode *Planetary Ball Mill* Terhadap Karakteristik Nanopartikel ZnO” telah diuji dan disahkan pada:

Hari : Rabu

Tanggal : 20 Oktober 2020

Tempat : Fakultas Teknik Universitas Jember

Tim penguji,

Penguji I

Penguji II

Dr. Mochamad Asrofi S.T
NIP. 7600 19035

Ir. Mahros Darsin S.T.,M.Sc., Ph.D
NIP. 19700322 199501 1 001

Pembimbing I

Pembimbing II

Ir. Franciscus Xaverius Kristianta, M.Eng.
NIP. 19650120 200112 1 001

Dr. Ir. Salahuddin Junus, S.T., M.T.
NIP. 19751006 200212 1 002

Mengesahkan,

Dekan Fakultas Teknik Universitas Jember,

Dr. Triwahju Hardianto, S.T., M.T.
NIP. 1970082619970210011

RINGKASAN

Pengaruh *Disk Rotation Speed* Dan *Diameter Grinding Ball* Dengan Metode *Planetary Ball Mill* Terhadap Karakteristik Nanopartikel ZnO; Ali Aqsho Hudzaifi, 161910101017; 2020;00 halaman Jurusan Teknik Mesin Fakultas Teknik Universitas Jember.

Teknologi nano merupakan salah satu kemajuan dalam bidang material dan rekayasa yang berkembang saat ini. Hasil dari nanoteknologi disebut nanopartikel. Partikel yang dihasilkan memiliki ukuran nanometer yaitu 1-100 nm *Planetary Ball Mill* merupakan alat yang digunakan untuk menghaluskan material sampai berukuran nano. Proses kerja *planetary ball mill* adalah memutar *disk* yang terdapat mangkuk *stainless steel* atau keramik dengan bola penggiling didalamnya.

Pada penelitian ini, akan menggunakan serbuk ZnO sedangkan parameternya menggunakan parameter bebas *disk rotation speed* 300 dan 400 rpm dengan *diameter grinding ball* 5 dan 10 mm, parameter terikat yaitu waktu penggilingan 5 jam, perbandingan *ball to powder weight ratio* 20:1. Hasil partikel dilakukan pengamatan menggunakan *scanning electron microscope* untuk mengetahui ukuran partikel dan dilakukan pengujian menggunakan *x-ray diffraction* untuk mengetahui ukuran kristal, parameter kisi dan struktur kristal pada nanopartikel ZnO.

Hasil penelitian untuk ukuran partikel dari gambar *scanning electron microscope* yang dianalisis menggunakan *ImageJ* pada *grinding ball* 5 mm dengan *disk rotation speed* 300 rpm yakni 61,94 nm, pada *grinding ball* 10 mm dengan *disk rotation speed* 300 rpm yakni 70,73 nm, pada *grinding ball* 5 mm dengan *disk rotation speed* 400 rpm yakni 56,88 nm dan pada *grinding ball* 10 mm dengan *disk rotation speed* 400 rpm yakni 64,96 nm.

Hasil pengujian *x-ray diffraction* ukuran kristal parameter *grinding ball* 5 mm dengan *disk rotation speed* 300 rpm mendapat ukuran 39,41 nm dan pada parameter *grinding ball* 10 mm dengan *disk rotation speed* 400 rpm mendapatkan ukuran 42,73 nm dengan nilai parameter kisi $a = 3,25 \text{ \AA}$ dan $c = 5,2 \text{ \AA}$. Struktur yang terbentuk yaitu *hexagonal wurtzite*.

SUMMARY

Effect of Disk Rotation Speed and Diameter of Grinding Ball with Planetary Ball Mill Method on Characteristics of ZnO Nanoparticles; Ali Aqsho Hudzaifi, 161910101017; 2020; 00 pages of the Department of Mechanical Engineering, Faculty of Engineering, University of Jember.

Nanotechnology is one of the advances in materials and engineering that are developing today. The results of nanotechnology are called nanoparticles. The resulting particles have a nanometer size of 1-100 nm Planetary Ball Mill is a tool used to smooth the material to nano-sized. The work process of the planetary ball mill is to rotate the disc which has a stainless steel or ceramic bowl with a grinding ball inside.

In this study, ZnO powder will be used while the parameters are using free disk rotation speed parameters of 300 and 400 rpm with grinding ball diameters of 5 and 10 mm, the bound parameters are 5 hours of grinding time, the ratio of ball to powder weight ratio is 20: 1. The results of the particles were observed using a scanning electron microscope to determine the particle size and tested using x-ray diffraction to determine the crystal size, lattice parameters and crystal structure of the ZnO nanoparticles.

The results of the study for the particle size of the scanning electron microscope image were analyzed using ImageJ on a 5 mm grinding ball with a disk rotation speed of 300 rpm, namely 61.94 nm, on a 10 mm grinding ball with a disk rotation speed of 300 rpm that is 70.73 nm, on grinding. a 5 mm ball with a disk rotation speed of 400 rpm which is 56.88 nm and a 10 mm grinding ball with a disk rotation speed of 400 rpm which is 64.96 nm.

The results of the x-ray diffraction test, the crystal size of the 5 mm grinding ball parameter with a disk rotation speed of 300 rpm, got a size of 39.41 nm and the 10 mm grinding ball parameter with a disk rotation speed of 400 rpm got a size of 42.73 nm with a lattice parameter value $a = 3.25 \text{ \AA}$ and $c = 5.2 \text{ \AA}$. The structure formed is the hexagonal wurtzite.

PRAKATA

Puji syukur kehadiran Allah SWT atas nikmat dan karuniaNya yang telah melimpahkan rahmat yang tak ternilai sehingga saya bisa menyelesaikan penelitian sekaligus penyusunan skripsi yang berjudul ”**Pengaruh *Disk Rotation Speed* Dan *Diameter Grinding Ball* Dengan Metode *Planetary Ball Mill* Terhadap Karakteristik Nanopartikel ZnO**”. Skripsi ini disusun untuk memenuhi salah satu syarat dalam penyelesaian pendidikan strata satu (S1) pada Jurusan Teknik Mesin Fakultas Teknik Universitas Jember.

Penelitian dan penyusunan skripsi ini tidak lepas dari dukungan dan bantuan berbagai pihak. Oleh karena itu penulis mengucapkan terima kasih kepada :

1. Bapak Dr. Triwahju Hardianto, S.T., M.T. selaku Dekan Fakultas Teknik Universitas Jember;
2. Bapak Ir. Hari Arbiantara B., S.T., M.T.. selaku Ketua Jurusan Teknik Mesin Universitas Jember;
3. Bapak Dr.Ir.Salahuddin Junus, S.T., M.T. selaku dosen pembimbing skripsi serta pembimbing tim riset MaGNIFIED yang tidak ada lelahnya membimbing saya, baik memberikan motivasi, serta arahan selama riset dan penulisan skripsi ini hingga selesai.
4. Ir. Franciscus Xaverius Kristianta M.Eng selaku Dosen Pembimbing Utama yang telah membimbing dengan baik dan memberikan saran-saran demi kesempurnaan skripsi ini;
5. Bapak Dr. Mochamad Asrofi S.T. dan Bapak Ir. Mahros Darsin S.T.,M.Sc., Ph.D. selaku dosen penguji yang telah memberikan saran untuk memperbaiki dan menyempurnakan skripsi ini;
6. Keluarga besar Teknik Mesin 2016 (M18) Universitas Jember, terima kasih telah menjadi keluarga yang sangat baik dan luar biasa;
7. Saudara seperjuangan tim riset MaGNIFIED yang telah memberikan banyak dukungan selama riset dan penulisan skripsi.
8. Keluarga besar Laboratorium Uji Material Jurusan Teknik Mesin Universitas Jember.

9. Serta seluruh teman-teman seperjuangan yang tidak dapat saya sebutkan satu-satu. Saya sampaikan terima kasih banyak atas semangat, doa dan saran yang telah diberikan.

Penulis menyadari bahwa selama penyusunan skripsi ini masih terdapat banyak kekurangan. Harapan penulis adalah semoga skripsi ini dapat bermanfaat dalam mengembangkan ilmu pengetahuan khususnya dalam bidang teknik mesin khususnya bidang material. Kritik dan saran diharapkan dapat terus berlanjut sehingga dapat memperbaiki dan menyempurnakan skripsi ini untuk penelitian selanjutnya.

Jember, 20 Oktober 2020

Penulis

DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL	i
PERSEMBAHAN	ii
MOTTO	iii
PERNYATAAN	iv
PENGESAHAN	vi
RINGKASAN	vii
SUMMARY	viii
PRAKATA	ix
DAFTAR ISI	xi
DAFTAR GAMBAR	xiv
DAFTAR TABEL	xv
BAB 1. PENDAHULUAN	1
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Rumusan Masalah	3
1.3 Tujuan Penelitian	3
1.4 Manfaat Penelitian	3
1.5 Batasan Masalah	3
1.6 Hipotesis	4
BAB 2. TINJAUAN PUSTAKA	5
2.1 Nanoteknologi	5
2.2 Nanomaterial	6
2.2.1 Definisi.....	6
2.2.2 Aplikasi Nanomaterial	7
2.2.3 Klasifikasi Nanomaterial	8
2.2.4 Sintesis Nanomaterial	8
2.3 Zinc Oxide	10
2.3.1 Bahan Penyusun ZnO	10
2.3.2 Zinc Oxide (ZnO)	11
2.3.3 Aplikasi ZnO Pada <i>Coating</i>	25

2.4 Metode Fabrikasi Nanomaterial	13
2.4.1 Sol Gel	13
2.4.2 DC Thermal Plasma.....	14
2.4.3 Planetary Ball Mill.....	15
2.5 Karakterisasi Nanomaterial	19
2.5.1 Scanning Electron Microscope (SEM)	19
2.5.2 X-Ray Diffraction (XRD).....	21
2.6 Fishbone Diagram	26
BAB 3. METODOLOGI PENELITIAN	27
3.1 Metode Penelitian	27
3.2 Tempat dan Waktu Penelitian	27
3.3 Alat dan Bahan	27
3.3.1 Alat.....	28
3.3.2 Bahan	30
3.4 Variabel Penelitian	31
3.4.1 Variabel bebas.....	31
3.4.2 Variabel Tetap.....	31
3.4.3 Variabel Terikat	31
3.5 Proses Pembuatan Sampel	31
3.5.1 Preparasi Sampel.....	32
3.5.2 Proses Penggilingan.....	32
3.6 Pengujian Sampel	32
3.6.1 Scanning Electron Microscope (SEM)	32
3.6.2 X-Ray Diffraction (XRD).....	33
3.6 Diagram Alir Penelitian	34
BAB 4. HASIL DAN PEMBAHASAN	36
4.1 Pengamatan <i>Scanning Electron Microscope</i>	36
4.2 Pengujian X Ray Diffraction	43
4.2.1 Ukuran Kristal.....	44
4.2.2 Struktur Kristal	47
BAB 5. PENUTUP	48
5.1 Kesimpulan	48

5.2 Saran	48
DAFTAR PUSTAKA	49
LAMPIRAN	



DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1 Klasifikasi Nanomaterials (a) 0D bola dan cluster; (B) 1D nanofibers, dan nanorods; (c) nanofilm 2D, nanoplate, dan jaringan; (d) Nanomaterial 3D (Alagarasi A, 2011).....	8
Gambar 2.2 Metode sintesis nanopartikel <i>top-down</i> dan <i>bottom-up</i> (Alagarasi, 2011).	10
Gambar 2.3 Varistor berbasis ZnO (Al Abdullah dkk., 2017).....	11
Gambar 2.4 Struktur pada ZnO (A) <i>cubic rocksalt</i> (b1), (b) <i>zinc blende</i> (b3), dan (c) <i>hexagonal wurtzite</i> (b4) (Özgür dkk., 2005)	12
Gambar 2.5 <i>Planetary ball mill</i> (Park dkk., 2012).....	15
Gambar 2.6 Skema <i>planetary ball mill</i> (Broseghini dkk., 2016).....	16
Gambar 2.7 Skema <i>disk</i> dengan gerakan normal dan arah yang berlawanan (Burmeister dan Kwade, 2013).....	16
Gambar 2.8 Skema pola gerak bola dalam pot tunggal <i>planetary ball mill</i> (a) cascading, (b) cataracting, (c) bergulir (Burmeister dan Kwade, 2013). 17	
Gambar 2.9 Hasil gambar <i>microscope optic</i> dan <i>scanning electron microscope</i> (Wijayanto dan Bayuseno, 2014).....	20
Gambar 2.10 Phenom pro x desktop (Setyaningsih dkk., 2017).....	21
Gambar 2.11 Difraksi sinar-x pada bidang atom (Rahman, 2016)	22
Gambar 2.12 Prinsip kerja <i>x-ray diffraction</i> (Beiser, 1992).	23
Gambar 2.13 Contoh grafik analisis sampel dari uji XRD (Purnawan dan Karina, 2014)	24
Gambar 2.14 <i>Fishbond diagram</i>	26
Gambar 3.1 <i>Planetary ball mill</i>	28
Gambar 3.2 Diagram alir penelitian.....	34
Gambar 4.1 Hasil SEM parameter diameter <i>grinding ball</i> 5 mm dengan <i>disk rotation speed</i> 300 rpm perbesaran (a) 50000x (b) 80000x.....	37
Gambar 4.2 Distribusi Partikel parameter diameter <i>grinding ball</i> 5 mm dengan <i>disk rotation speed</i> 300 rpm	37
Gambar 4.3 Hasil SEM parameter diameter <i>grinding ball</i> 10 mm dengan <i>disk rotation speed</i> 300 rpm perbesaran (a) 50000x (b) 80000x.....	38

Gambar 4.4 Distribusi Partikel parameter diameter <i>grinding ball</i> 5 mm dengan <i>disk rotation speed</i> 300 rpm	38
Gambar 4.5 Hasil SEM parameter diameter <i>grinding ball</i> 5 mm dengan <i>disk rotation speed</i> 400 rpm perbesaran (a) 50000x (b) 80000x.....	39
Gambar 4.6 Distribusi partikel parameter diameter <i>grinding ball</i> 5 mm dengan <i>disk rotation speed</i> 400 rpm	39
Gambar 4.7 Hasil SEM parameter diameter <i>grinding ball</i> 10 mm dengan <i>disk rotation speed</i> 400 rpm perbesaran (a) 50000x (b) 80000x.....	40
Gambar 4.8 Distribusi partikel parameter diameter <i>grinding ball</i> 10 mm dengan <i>disk rotation speed</i> 400 rpm.....	40
Gambar 4.9 Grafik parameter penggilingan terhadap ukuran partikel	41
4.9 (a) Penggilingan dengan bola berukuran besar (b) Penggilingan dengan bola berukuran kecil.....	41
Gambar 4.4 Perbandingan XRD parameter diameter <i>grinding ball</i> 5 mm dengan <i>disk rotation speed</i> 300 rpm dan parameter diameter <i>grinding ball</i> 10 mm dengan <i>disk rotation speed</i> 400 rpm	43
Gambar 4.5 Pola XRD dari ZnO pada sudut 2θ kisaran 20° hingga 80° (C. Prommalikit, 2019)	44
Gambar 4.6 Formasi kristal ZnO dengan aplikasi VESTA (Student Version).....	47
Gambar 4.7 Struktur heksagonal nanopartikel ZnO (Cramer, 2017).....	48

DAFTAR TABEL

Tabel 2.1 <i>Properties zinc oxide</i> (Wulandari, 2016).....	13
Tabel 3.1 Sifat-sifat <i>Zinc Oxide</i>	30
Tabel 3.2 Variabel bebas.....	31
Tabel 3.3 Variabel tetap	31
Tabel 4.1 Data XRD parameter diameter <i>grinding ball</i> 5 mm dengan <i>disk rotation speed</i> 300 rpm.....	45
Tabel 4.1 Data XRD parameter diameter <i>grinding ball</i> 10 mm dengan <i>disk rotation speed</i> 400 rpm.....	45
Tabel 4.3 Perbandingan ukuran kristal.....	46

BAB 1. PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Teknologi nano merupakan salah satu kemajuan dalam bidang material dan rekayasa yang berkembang pesat saat ini. Beberapa tahun belakangan ini berkembang ilmu yang membahas teknologi nano. Konsep dari teknologi nano pertama kali dimulai oleh Richard Feynman pada tahun 1959. Teknologi nano merupakan suatu hasil pemanfaatan ukuran partikel yang membangun sifat-sifat baru. Hasil dari nanoteknologi disebut nano partikel. Partikel yang dihasilkan memiliki ukuran nanometer yaitu 1-100 nm (Makio dkk, 2007).

Nanopartikel logam sudah menarik perhatian peneliti karena aplikasinya yang semakin luas dan memberikan banyak manfaat seperti pada bidang biomedis, otomotif, konstruksi dan bidang lainnya. Contohnya penerapan nanopartikel yaitu penambahan nano *zinc oxide* (ZnO) pada *coating* dapat meningkatkan ketahanan korosi lebih tinggi dibandingkan tanpa nano ZnO (Rashvand dan Ranjbar, 2013). Salah satu material yang diminati peneliti sebagai pemanfaatan nanomaterial yaitu menggunakan *ZnO* (Ghina Afrilia, 2019).

Zinc Oxide (ZnO) adalah kristal yang banyak dipakai dalam berbagai keperluan sebagai zat aditif pada cat, material keramik, katalis, peralatan elektronik dan semikonduktor (Hernández dkk, 2008). ZnO adalah semikonduktor yang memiliki sifat unik yaitu memiliki energi gap sebesar 3,37 eV dan energi ikat eksitasi 60 meV dan termasuk kelompok semikonduktor. Salah satu ciri khas dari ZnO adalah senyawa kimianya yang dapat berpadu dengan senyawa lain. Salah satu metode pembuatan nanopartikel ZnO yaitu dengan menggunakan *planetary ball mill* (Nauval dkk., 2018).

Planetary Ball Mill merupakan alat yang digunakan untuk menghaluskan material sampai berukuran nano. Teknologi *planetary ball mill* merupakan alat yang digunakan untuk proses penghancuran material dalam tingkat yang sangat halus. Proses kerja *planetary ball mill* adalah memutar *disk* yang terdapat mangkuk *stainless steel* atau keramik dengan bola penggiling didalamnya.

Proses penghalusan terjadi akibat tabung berputar sehingga bola di dalamnya ikut berputar dan menggelinding, mengakibatkan menggerus, dan menggiling material yang ada di dalam tabung sehingga material tersebut halus. *Planetary Ball Mill* adalah salah satu metode pengurangan ukuran partikel dari teknik *mechanical alloying powder*. Teknik tersebut menggunakan energi tumbukan dari bola-bola penghancur dengan bola dinding wadahnya. Teknik tersebut dapat menghasilkan material berukuran nano dengan jumlah banyak dengan rentang waktu yang singkat (Singh dan Bhattacharje, 2007).

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan sebelumnya oleh Lemine dkk, (2010). Terdapat banyak parameter yang mempengaruhi pembuatan partikel nano menggunakan metode *planetary ball mill* yaitu seperti *disk rotation speed* dan *ball to powder mass ratio*. Penelitian dilakukan dengan percobaan 3 variasi parameter dengan 3 level, eksperimen tersebut yaitu *ball to powder weight ratio* (10:1, 15:1 dan 20:1) dengan *disk rotation speed* (300, 350 dan 400) rpm menggunakan bahan baku ZnO. Pada penelitian yang dilakukan dapat disimpulkan bahwa parameter yang digunakan mampu untuk meningkatkan produksi partikel nano terkecil menggunakan *ball to powder weight ratio* 20:1 pada *disk rotation speed* 400 rpm dengan waktu penggilingan 5 jam serta ukuran bola penggiling 10 mm.

Pada penelitian ini, akan menggunakan serbuk ZnO sedangkan parameternya menggunakan parameter bebas yaitu *disk rotation speed* dan *diameter grinding ball*, dengan parameter terikat yaitu waktu penggilingan dan perbandingan *ball to powder weight ratio*. Hasil partikel dilakukan pengujian menggunakan *scanning electron microscope* untuk mengetahui ukuran partikel dan dilakukan pengujian menggunakan *X-ray diffraction* untuk mengetahui struktur kristal, ukuran kristal dan parameter kisi pada nanopartikel ZnO.

1.2 Rumusan Masalah

Adapun rumusan masalah dari penelitian ini adalah bagaimana pengaruh variasi parameter diameter *grinding ball* 5 dan 10 mm serta *disk rotation speed* 300 dan 400 rpm terhadap ukuran partikel, ukuran kristal, parameter kisi dan struktur kristal ZnO dengan metode *planetary ball mill*.

1.3 Tujuan Penelitian

Adapun tujuan dari penelitian ini adalah mengetahui pengaruh variasi parameter diameter *grinding ball* 5 dan 10 mm serta *disk rotation speed* 300 dan 400 rpm terhadap ukuran partikel, ukuran kristal, parameter kisi dan struktur kristal ZnO dengan metode *planetary ball mill*.

1.4 Manfaat Penelitian

Adapun manfaat dari penelitian ini adalah:

1. Diharapkan mendapatkan parameter *disk rotation speed* terbaik terhadap karakteristik (ukuran partikel, ukuran kristal, parameter kisi dan struktur kristal) nanopartikel ZnO dengan metode *planetary ball mill*?
2. Diharapkan mendapatkan parameter diameter bola penggiling terbaik terhadap karakteristik (ukuran partikel, ukuran kristal, parameter kisi dan struktur kristal) nanopartikel ZnO dengan metode *planetary ball mill*?

1.5 Batasan Masalah

Adapun ruang lingkup dari penelitian ini sebagai berikut.

1. Waktu penggilingan 5 jam.
2. *Ball to powder weight ratio* 20:1
3. Menggunakan mangkuk terbuat dari Alumina.
4. Menggunakan serbuk *Zinc Oxide* (ZnO) berukuran mikro.
5. Pengujian dilakukan pada partikel yang telah dilakukan penggilingan menggunakan *planetary ball mill*.
6. Pengujian yang dilakukan menggunakan *scanning electron microscope* dan *X-ray diffraction*.

1.6 Hipotesis

Semakin tinggi *disk rotation speed* putar penggilingan efektif untuk memperkecil ukuran partikel ZnO. Penggunaan diameter bola kecil maupun bola besar berpengaruh untuk memperkecil partikel ZnO dengan waktu penggilingan dan *ball to powder weight ratio* yang tetap.



BAB 2. TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Nanoteknologi

Perkembangan teknologi dan pemanfaatannya tidak bisa dipungkiri terkait erat dengan peningkatan daya saing industri suatu negara. Salah satu contoh teknologi yang sedang berkembang adalah nanoteknologi. Nanoteknologi merupakan desain produksi dan penerapan peralatan atau sistem yang bertujuan untuk pengendalian bentuk dari ukuran material pada skala nanometer (Sudibyo dkk, 2008). Berdasarkan asal kata, “nano” diserap dari bahasa Latin yang memiliki arti sesuatu yang sangat kecil yakni satu per satu milyar (10^{-9}) (Kuzma dan Verhage, 2006).

National Nanotechnology Initiative menyebutkan nanoteknologi adalah suatu material pada ukuran dimensi nanometer yang memungkinkan diterapkannya fenomena baru yang unik mencakup ilmu skala nano. Sementara itu, ilmu nano merupakan studi fenomena dan manipulasi material pada tingkat skala atom, molekul, dan makromolekul yang menghasilkan karakteristik yang berbeda dengan material yang memiliki ukuran lebih besar. Nanoteknologi dapat dikatakan sebuah kreasi dan penggunaan material, peralatan, dan sistem yang mengeksplorasi peningkatan karakteristik dari struktur dan sifat-sifat bahan pada rentang ukuran nanometer (Sudibyo dkk, 2008).

Rekayasa zat berskala nanometer atau sepemiliar meter masa pengembangannya belum tergolong lama. Konsep nanoteknologi diperkenalkan pada akhir tahun 1959 oleh Richard Feynman, ahli fisika Amerika Serikat. Di Indonesia perkembangan teknologi nano berawal dari Lembaga Ilmu Pengetahuan Indonesia (LIPI) sekitar tahun 2000, tetapi produk nanomaterial belum dipasarkan secara bebas. Seiring waktu, perkembangan teknologi nano semakin pesat karena dalam penerapannya memberikan manfaat yang sangat positif baik di bidang konstruksi, industri, otomotif, dan sebagainya. Hasil dari nanoteknologi ini disebut nanopartikel atau nanomaterial sedangkan material yang dihasilkan memiliki ukuran nanometer yaitu 1-100 nm (Makio dkk, 2007).

2.2 Nanomaterial

2.2.1 Definisi

Nanomaterial atau nanopartikel adalah suatu unsur nanosains dan nanoteknologi yang memiliki potensi untuk mengubah bahan dan hasil produk secara signifikan sehingga dapat berdampak sangat luas di bidang teknologi seperti elektronik, kedokteran, otomotif, dan bidang lainnya (Manasreh, 2011). Ilmu mengenai nanomaterial tergolong masih baru, tetapi dapat digunakan hingga berabad-abad. Adanya nanomaterial bukan untuk menggantikan keberadaan jenis material yang sudah ada, tetapi diharapkan dapat saling melengkapi sehingga terwujud jenis material yang sesuai kebutuhan. Nanomaterial merupakan partikel yang sangat halus dengan ukuran nanometer, Definisi nanopartikel berbeda-beda tergantung dari material, bidang, dan aplikasinya (Makio dkk, 2007).

Nanomaterial merupakan kajian yang menarik, karena material yang berukuran dalam skala nanometer biasanya memiliki partikel dengan sifat yang lebih unggul dibandingkan material yang berukuran lebih besar (Vestal dan Zhang, 2004). Pada skala ukuran ini, sifat fisika, kimia, dan biologi dari nanomaterial berbeda dari sifatnya sebagai atom atau molekul tunggal. Beberapa perubahan sifat material akibat berukuran nano yaitu perubahan warna yang dipancarkan, transparansi, kekuatan mekanik, konduktivitas listrik, dan magnetisasi. Fenomena ini berdampak pada perubahan titik didih, titik beku, dan reaktivitas kimia. Para peneliti juga percaya bahwa manusia dapat mengontrol perubahan tersebut sesuai dengan kebutuhan yang diinginkan (Abdullah dkk., 2008)

Nanomaterial ini memiliki susunan atom (ion) yang jelas, biasa disebut dengan *nanocrystal*. Berdasarkan bahan asalnya, nanomaterial dapat digolongkan ke dalam dua kelompok yaitu nanomaterial organik dan nanomaterial anorganik. Nanomaterial organik adalah nanopartikel karbon, sedangkan yang termasuk dalam nanomaterial anorganik diantaranya nanopartikel magnetik, nanopartikel logam mulia (seperti emas dan perak) dan nanopartikel semikonduktor (seperti *titanium dioksida* dan *zinc oksida*).

2.2.2 Aplikasi Nanomaterial

Nanomaterial memiliki banyak kegunaan yang berbeda, diantaranya dalam bidang medis, bioanalisis, sebagai katalis, sensor, semikonduktor, dan kegunaan lainnya (Parsons dkk., 2007). Berikut ini merupakan contoh aplikasi nanomaterial dalam beberapa bidang.

a. Biomedis dan Kesehatan

Krim dan serbuk anti bakteri (Ag), fungisida (Cu_2O), biolabeling dan deteksi (Au,Ag), promotor pertumbuhan tulang, diagnostik kanker, pelindung sinar matahari (ZnO), krim kulit dengan vitamin antioksidan.

b. Pangan

Bahan perasa dan pewarna dalam makanan dan minuman (nanokapsul) bahan pengemasan makanan (SiO_2 , TiO_2 , Ag), pendeteksi patogen dalam makanan, pengantar nutrasetika (*liposom*), katalis pemurnian minyak goreng.

c. Energi Listrik

Nanopartikel Al_2O_3 dapat diaplikasikan pada komponen seperti listrik atau penyangga kabel listrik. Fungsi dari adanya nanopartikel ini saat listrik sedang mengalir akan menjadi lebih aman. Hal ini dikarenakan *alumina* mempunyai sifat isolator yang baik yang terbentuk pada suhu di atas $1000\text{ }^\circ\text{C}$.

d. Elektronik

Sensor sensitivitas tinggi (kimia dan gas), magnet berkekuatan tinggi.

e. Pengecoran

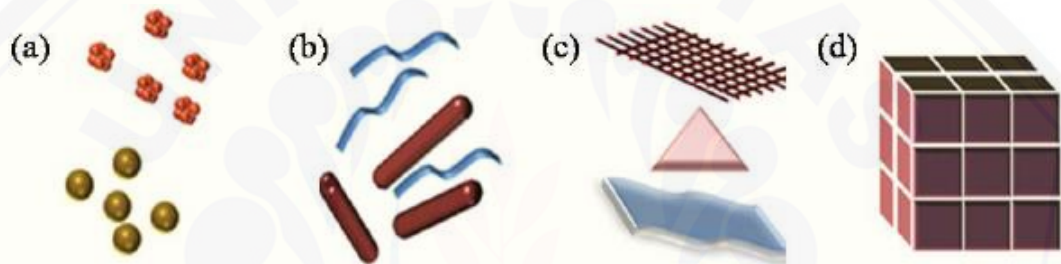
Penambahan Al_2O_3 dapat meningkatkan sifat tarik (Junus dkk., 2013).

f. Otomotif

Nanopartikel ZnO dapat diaplikasikan pada komposit logam yaitu pada bidang otomotif. Dapat digunakan sebagai matrik pada logam karena berpengaruh pada sifat mekanik karena ZnO mempunyai sifat ketahanan korosi yang baik. Al_2O_3 dapat digunakan sebagai lapisan pelindung pada *body* atau interior kendaraan. Al_2O_3 dapat digunakan sebagai material utama maupun sebagai material pendukung dengan ketersediaan bibit Al_2O_3 yang melimpah (Junus dkk., 2019).

2.2.3 Klasifikasi Nanomaterial

Nanomaterial memiliki ukuran yang sangat kecil, setidaknya kurang dari 100 nanometer. Nanomaterial dapat berupa satu dimensi (film permukaan), dua dimensi (untaian atau serat), tiga dimensi (partikel). Pada kenyataannya nanomaterial dapat berbentuk tunggal, menyatu, agregat atau aglomerasi dengan bentuk bulat, tubular, dan tidak teratur. Nanomaterial dapat dibuat dengan berbagai dimensi seperti pada gambar 2.1 yaitu *zero dimension (atomic cluster, filaments and cluster assemblies)*, *one dimension (multilayers)*, *two dimension (ultrafine-grained overlayers)*, dan *three (nanophase materials consisting of equiaxed nanimeter size grains)* (Alagarasi A, 2011).



Gambar 2.1 Klasifikasi Nanomaterials (a) 0D bola dan cluster; (B) 1D nanofibers, dan nanorods; (c) nanofilm 2D, nanoplate, dan jaringan; (d) Nanomaterial 3D (Alagarasi A, 2011).

2.2.4 Sintesis Nanomaterial

Nanomaterial memiliki struktur sangat halus yang berukuran nanometer atau sepersejuta meter. Untuk membentuk partikel nano secara garis besar dapat dilakukan sintesis dengan metode '*bottom-up*' secara kimia yaitu dengan menyatukan atau menumbuhkan atom yang didapat dari prekursor molekuler.. Metode *bottom-up* diperlukan stabilitas zat aktif untuk mencegah terbentuknya material skala mikro. Pada metode '*top-down*' membuat material nano dengan memisahkan molekul yang berkumpul dalam jumlah besar menjadi kecil dengan teknik penggilingan dan homogenisasi. Disebut juga proses fisika yang menghancurkan *bulk solid* (padatan) menjadi potongan-potongan yang lebih halus hingga terbentuk hanya beberapa atom yang berukuran nanometer (Alagarasi A, 2011). Secara umum, pembentukan nanopartikel terbagi menjadi dua yaitu *bottom up approach* dan *top down approach* seperti pada gambar 2.2.

a. *Bottom-up Approach*

Metode *bottom-up* adalah menggabungkan atom-atom atau molekul-molekul sehingga membentuk partikel berukuran nanometer yang diharapkan. Metode pembuatan partikel nano terdiri dari beberapa proses kimia dan fisika yaitu:

- 1) proses *wet chemical* merupakan proses presipitasi seperti: kimia koloid, proses *hydrothermal*, dan proses *sol-gel*. Pada proses ini mencampur ion dengan jumlah tertentu dan menyesuaikan suhu dan tekanan untuk membentuk *insoluble* material hingga membentuk endapan. Endapan dikumpulkan dengan cara penyaringan atau *spray drying* untuk mendapatkan partikel yang kering.
- 2) *from-in-place process*, terdapat beberapa cara seperti *lithography*, *vacuum deposition process* dan *spray coating*. Pada proses ini khusus diperuntukkan untuk membuat nanopartikel *coating* (pelapisan).
- 3) *gas-phase synthesis* adalah mengontrol perkembangan *carbon nanotube* dengan proses *catalytic cracking* terhadap gas yang penuh karbon seperti metan.

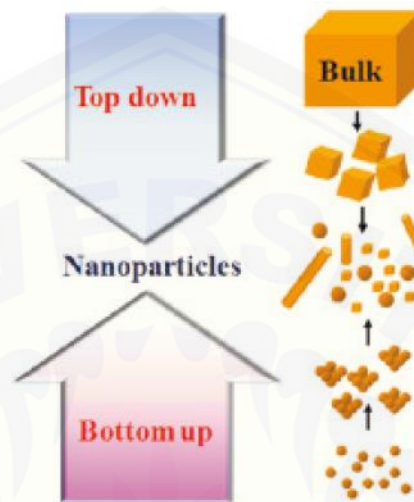
b. *Top-down Approach*

Metode *top-down* merupakan metode pembuatan nanomaterial dengan cara menghancurkan material yang berukuran besar menjadi lebih kecil yang berukuran nanometer. Pada metode *top-down* memiliki beberapa jenis cara seperti *milling*, *ultrasonic*, dan *laser ablation* (Muhriz dkk, 2011).

Pada metode *top-down*, bulk material dihaluskan hingga berukuran nanometer. Metode *top-down* dapat dilakukan dengan teknik MA-PM (*mechanical alloy powder metallurgy*) atau mm-pm (*mechanical milling powder metallurgy*). Pada teknik *mechanical alloy powder metallurgy*, material dihancurkan hingga menjadi bubuk dan dilanjutkan penghalusan butiran partikel. Salah satu metode *top-down* yang sering digunakan untuk menghaluskan material adalah menggunakan *planetary ball mill*.

Teknologi *planetary ball mill* menjadi salah satu cara yang diminati karena memiliki keunggulan waktu proses yang relatif singkat dengan hasil

yang lebih banyak dibandingkan dengan mesin lain untuk memperkecil partikel. Proses penggilingan menggunakan *planetary ball mill* memiliki potensi yang sangat menguntungkan baik digunakan untuk mencampur suatu material atau memperkecil partikel hingga berukuran nanometer.

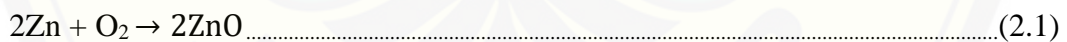


Gambar 2.2 Metode sintesis nanopartikel *top-down* dan *bottom-up* (Alagarasi, 2011).

2.3 Zinc Oxide

2.3.1 Bahan Penyusun ZnO

ZnO merupakan salah satu hasil reaksi senyawa logam Zn yang tergolong senyawa oksida. ZnO dapat dibuat dengan mereaksikan logam Zn dan Oksigen pada suhu tinggi. Reaksi yang terjadi seperti berikut:



ZnO terjadi sebagai bubuk putih umumnya dikenal sebagai seng putih atau sebagai *zincite mineral*. Mineral biasanya berisi sejumlah unsur mangan dan lainnya. Oksida seng kristal termo-kromat, berubah dari putih ke kuning ketika dipanaskan dan di udara beralih ke putih pada pendinginan. Perubahan warna seperti ini terjadi karena perbedaan temperatur, dikenal sebagai sifat *termokromik*.

2.3.2 Zinc Oxide (ZnO)

Zinc oxide atau seng oksida merupakan senyawa anorganik dengan formula ZnO. Senyawa ini berbentuk bubuk berwarna putih, hampir tidak larut dalam air. Serbuk ZnO sering digunakan sebagai zat aditif ke dalam berbagai bahan dan produk termasuk plastik, keramik, kaca, semen, karet (seperti ban mobil), dan pelumas (Hernández dkk, 2008).

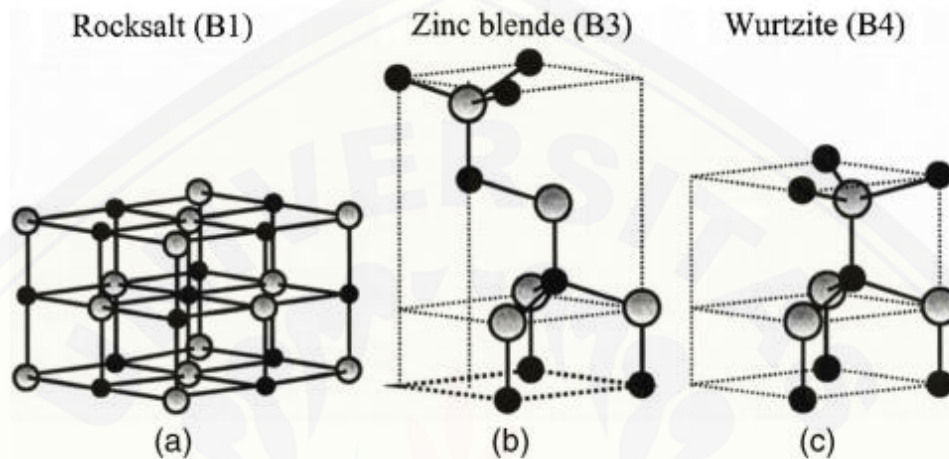


Gambar 2.3 Varistor berbasis ZnO (Al Abdullah dkk., 2017)

Zinc oxide merupakan bahan semikonduktor tipe-n dengan lebar pita energi 3,2 eV – 3,3 eV pada suhu kamar. Biasanya digunakan untuk varistor (variasi transistor) pada gambar 2.3. Jenis logam ini keras dan rapuh pada keadaan suhu tertentu, tetapi dapat ditempa antara 100 °C sampai dengan 250 °C. Jika suhu lebih dari 210 °C logam ini akan menjadi rapuh dan dapat dihancurkan menjadi bubuk. ZnO memiliki transmisi optik yang tinggi serta mampu menghantarkan listrik. Nanomaterial ini sangat menjanjikan penerapannya pada *dye-sensitized solar cell*.

Keuntungan penggunaan ZnO adalah harganya yang murah, persediaan dalam jumlah yang melimpah, struktur kimia stabil, dan tidak beracun. ZnO merupakan bubuk berwarna putih yang hampir tidak larut dalam larutan netral, tetapi dapat larut di dalam basa atau asam. ZnO merupakan material yang unik dan menarik sehingga banyak diteliti dan dikembangkan seperti evolusi sifat listrik, sifat fisis, struktur kristal dan struktur mikro. Keuntungan lain ZnO memiliki resistansi yang cukup tinggi untuk keadaan radiasi energi tinggi dibandingkan dengan SiC dan Gan (Yassinta, 2010).

Kristal *Zinc Oxide* memiliki bentuk yaitu *rocksalt*, *zinc blende*, dan *wurtzite*. Bentuk kristal dapat dilihat pada gambar 2.4. Struktur berbentuk *sphalerite* dengan adanya atom Zn pada setiap sudut dan pada bagian tengah sisi *face centered cubic* dan atom O sebagai intersiti di antara empat atom Zn yang berdekatan (Özgür dkk., 2005).



Gambar 2.4 Struktur pada ZnO (A) *cubic rocksalt* (b1), (b) *zinc blende* (b3), dan (c) *hexagonal wurtzite* (b4) (Özgür dkk., 2005)

Pada suhu dan tekanan standar ZnO akan mengkristal dalam bentuk struktur ditunjukkan pada gambar 2.4. Pada struktur kristal tersebut terdapat seng dan ion oksigen yang tersambung dengan empat ion lain dari muatan yang berlawanan. Hal itu disebabkan ukuran yang mencolok, akibatnya ion-ion mengisi sekitar 44% dari volume pada kristal oksida (Özgür dkk., 2005).

ZnO memiliki ion yang sangat kuat, dengan demikian ZnO digolongkan sebagai senyawa kovalen dan ionik dengan ionicity $f_i = 0,616$ pada skala ionisasi *Phillips*. ZnO terurai menjadi uap dan oksigen pada suhu sekitar 1975 °C, menunjukkan memiliki stabilitas yang cukup kuat. Senyawa ini hampir tidak larut dalam air ataupun alkohol, tetapi dapat larut pada keadaan larutan asam seperti asam klorida. Tabel 2.1 menjelaskan tentang *properties* dari *Zinc Oxide*.

Tabel 2.1 *Properties zinc oxide* (Wulandari, 2016)

Rumus Molekul	ZnO
Masa Molar	81,408 g/mol
Warna	Putih
Aroma	Tidak Berbau
Densitas	5,606 g/cm ³
Titik Lebur	1975 °C
Titik Didih	2360 °C
Kelarutan Dalam Air	0,16 mg/100 mL (30 °C)
Lebar Pita	3,3 eV
Indek Bias (nd)	2,0041

Aspek yang menguntungkan dari penggunaan ZnO adalah sifat kimia yang mengarah dalam larutan kimia yang memiliki ambang daya rendah. ZnO merupakan bahan yang ideal untuk berbagai perangkat dari sensor hingga laser ultraviolet dan berbagai perangkat yang berbasis nanoteknologi. Kendala yang dihadapi adalah sulitnya pembuatan *prototype* ZnO sehingga sangat menghambat pengembangan perangkat yang ada saat ini (Tsukazaki dkk., 2005).

2.4 Metode Fabrikasi Nanomaterial

2.4.1 *Sol Gel*

Pembuatan nanopartikel telah banyak dikembangkan jenisnya, salah satunya adalah metode kimiawi dengan teknik sol-gel. Teknik sol-gel ini melibatkan perubahan suatu sistem dari koloid (sol) menjadi fase semisolid (gel) (Ui, 2014). Metode ini memiliki beberapa keuntungan, yaitu tingkat stabilitas termal yang baik, stabilitas mekanik yang tinggi, daya tahan pelarut yang baik, dan dapat memodifikasi permukaan dengan berbagai kemungkinan.

Pada metode sol-gel memiliki beberapa tahapan diantaranya hidrolisis pada tahap ini logam prekursor (alkoksida) dilarutkan dalam alkohol dan terhidrolisis dengan penambahan air pada kondisi asam, netral, atau basa menghasilkan sol koloid. Kondensasi pada tahapan ini terjadi proses transisi dari sol menjadi gel.

Pematangan (*aging*) setelah reaksi hidrolisis dan kondensasi dilanjutkan dengan proses pematangan gel yang terbentuk. Proses ini lebih dikenal dengan proses *aging*. Pada proses pematangan ini, terjadi reaksi pembentukan jaringan gel yang lebih kaku, kuat, dan menyusut di dalam larutan. Pengeringan merupakan tahapan terakhir yaitu penguapan larutan dan cairan yang tidak digunakan untuk mendapatkan struktur sol gel.

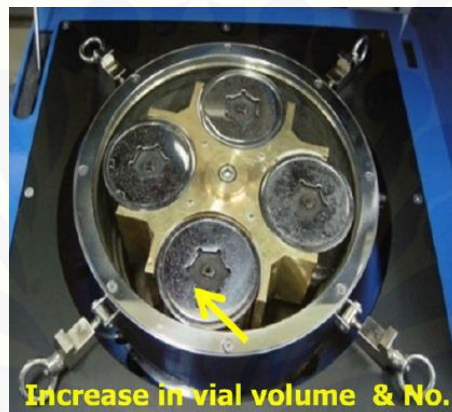
2.4.2 DC Thermal Plasma

Nanopartikel dapat dibuat menggunakan *direct current thermal plasma* (Junus dkk., 2019). *DC Thermal Plasma* merupakan salah satu topik yang diminati. Karena memiliki keunggulan waktu proses yang singkat, reaktivitas kimia yang cepat, dan memiliki suhu tinggi. *Thermal plasma*, pada umumnya dihasilkan dari DC (*Direct Current*) atau RF (*Radio Frequency*), dapat dideskripsikan sebagai entalpi api yang tinggi dengan suhu sangat tinggi yakni 1.000-20.000 K. Proses *thermal plasma* telah digunakan dan memiliki potensi yang sangat menguntungkan baik untuk sintesis nanomaterial maupun deposisi lapisan struktur skala nano. Pembuatan serbuk nano menggunakan metode *dc thermal plasma* ini telah banyak dikembangkan. Metode tersebut diyakini lebih efisien untuk menghasilkan serbuk berukuran nano (Hamimah dkk, 2018). Keuntungan tersebut diantaranya efisiensi tinggi dan mendapat distribusi partikel lebih rapat. *Thermal plasma* dapat dihasilkan dari berbagai gas atau pencampuran beberapa gas yang memungkinkan nanopartikel dapat dibuat menjadi beragam jenis keramik sama seperti metal dan *alloy*.

Pada metode *dc thermal plasma* produksi nanopartikel didapatkan dari penguapan material prekursor melalui api plasma dengan suhu yang sangat tinggi. Kemudian uap berlalu melewati hingga busur api plasma terjauh dan suhu api mulai terjadi penurunan secara drastis. Proses pendinginan cepat mengakibatkan uap berada pada posisi supersaturasi yang tinggi dengan menghasilkan sejumlah tahapan produksi nanopartikel secara cepat melalui homogenisasi nukleasi, heterogenisasi kondensasi dan koagulasi partikel.

2.4.3 Planetary Ball Mill

Ball mill merupakan metode yang efisien dan sederhana untuk membentuk material berukuran sub-mikron atau nano. Ada banyak jenis metode penggilingan salah satunya *planetary ball mill* (Suryanarayana, 2001). *Planetary ball mill* merupakan alat mesin yang berperan sangat penting karena karakteristik *ball mill* sebagai alat penghancur material dengan tumbukan dan gesekan jenis serbuk dalam skala besar maupun kecil. Untuk memperoleh material serbuk halus dibutuhkan mesin penghancur yang sesuai dengan fungsi dan perancangannya. Serbuk halus tersebut diperoleh dengan beberapa bola keramik untuk menumbuk serbuk material yang ada di dalam tabung pada *planetary ball mill*.



Gambar 2.5 *Planetary ball mill* (Park dkk., 2012)

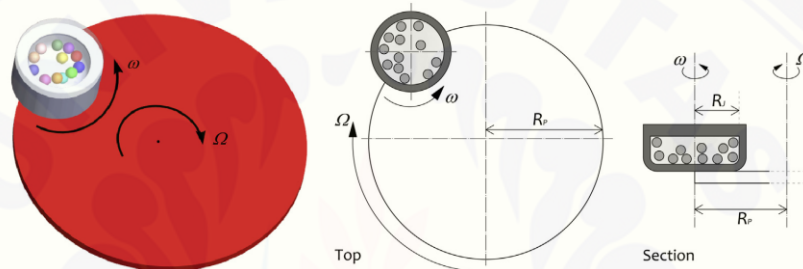
Planetary ball mill merupakan media penggilingan yang menggunakan gaya sentrifugal untuk memutar bola dan mangkuk dengan kecepatan mencapai dua puluh kali percepatan gravitasi. Gaya sentrifugal disebabkan oleh rotasi piringan pendukung dan perpindahan putaran piringan pendukung serta putaran mangkuk yang berlawanan. Akibat dari gaya sentrifugal tersebut bola dan bahan yang ada di dalam mangkuk akan saling bertabrakan dan bergesekan sehingga terjadi pengurangan ukuran bahan dan peningkatan suhu (Ramezani dan Neitzert 2012).

a. Prinsip Kerja *Planetary Ball Mill*

Prinsip kerja *planetary ball mill* adalah serbuk dimasukkan ke dalam sebuah toples atau mangkuk yang di dalamnya terdapat beberapa bola kemudian bergerak berputar secara terus menerus. Di dalam toples tersebut bola-bola akan saling bertumbukan. Akibat tumbukan bola tersebut serbuk yang dimasukkan ke dalam

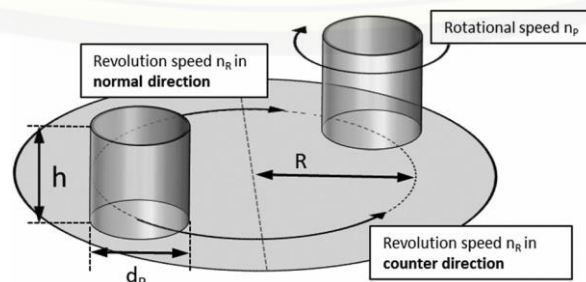
toples akan tergerus atau tertumbuk di antara bola-bola tersebut. Hal ini mengakibatkan partikel tersebut akan pecah, begitu seterusnya hingga ukuran partikel mencapai yang diinginkan (Aisyah dkk, 2018).

Planetary ball mill terbuat dari dua atau lebih toples yang berputar di sekitar sumbu, dipasang pada disk yang berputar pada kecepatan tertentu dapat dilihat pada gambar 2.6. Penggilingan terjadi karena adanya media penggilingan yaitu bola dan toples. Hal tersebut dapat terjadi karena toples yang berisi bola digerakkan dan terjadi gaya sentrifugal dan coriolis dengan material yang menutupi permukaan bola dan toples (Broseghini dkk., 2016).



Gambar 2.6 Skema *planetary ball mill* (Broseghini dkk., 2016)

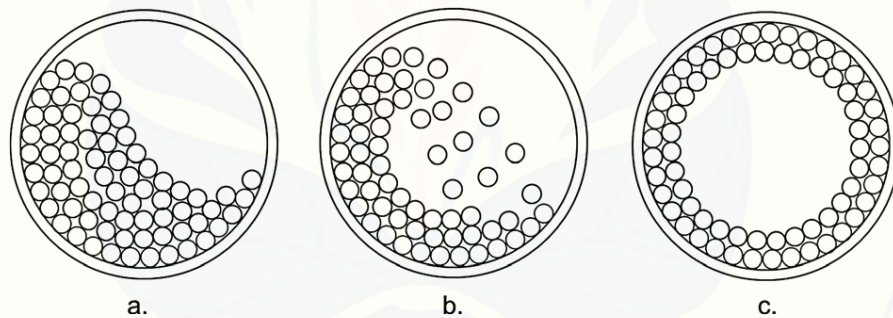
Penggilingan terjadi akibat adanya toples yang terpasang ke *disk* yang memutar sumbu pusat umum sementara toples secara bersamaan berputar di sekitar porosnya sendiri. Rasio putaran bisa positif atau negatif tergantung pada arah penggerak *disk* dan toples ditunjukkan pada gambar 2.7. Kecepatan rotasi tinggi toples dan *disk* memiliki dampak besar dari penggilingan bola di dalam toples untuk mencapai kinerja penggilingan yang efektif. Pada proses *mechanical alloy powder metallurgy* terutama partikel bubuk dapat hancur karena dampak adanya gaya gesek yang disebabkan oleh tabrakan antara bola-bola di dalam toples (Burmeister dan Kwade, 2013).



Gambar 2.7 Skema *disk* (Burmeister dan Kwade, 2013)

Hubungan antara kecepatan *disk* dan toples ditentukan oleh rasio dari kecepatan rotasi toples dan kecepatan revolusi *disk*. Serta rotasi tabung mempengaruhi gerakan bola didalamnya. Partikel-partikel serbuk terperangkap di antara bola-bola yang bertabrakan dan membuat tumbukannya kurang elastis sehingga gerakan bola melambat dan energi berkurang. Gerakan bola mempengaruhi jumlah tumbukan, kecepatan bola, dan menyebabkan intensitas dari bola yang berdampak pada energi yang digunakan ke serbuk (Suryanarayana, 2001).

Kecepatan revolusi berpengaruh pada *planetary ball mill*. Pada gambar 2.8a bola penggiling dibawa bersama dinding tabung dan membuat gulungan antar bola satu sama lain. Pada gambar 2.8b bola terlepas dari dinding dan berdampak pada bagian dinding yang berlawanan, sedangkan gambar 2.8c menunjukkan bola bergulir sejajar dengan rotasi dinding tanpa kecepatan relatif (Burmeister dan Kwade, 2013)



Gambar 2.8 Skema pola gerak bola dalam pot tunggal *planetary ball mill* (a) cascading, (b) cataracting, (c) bergulir (Burmeister dan Kwade, 2013)

b. Parameter *Planetary Ball Mill*

Keefektifan untuk menghasilkan serbuk yang diinginkan ditentukan oleh beberapa parameter, terkait dengan geometri, sifat fisik tabung dan media penggilingan, termasuk ukuran dan bentuk bola, elasto-plastik properti dan koefisien gesekan, kecepatan sudut, waktu penggilingan, dan fraksi muatan. Homogenitas dan kontaminasi produk dari mangkuk juga terkait dengan parameter yang ditentukan di atas dan harus diperhitungkan dengan benar (Burmeister dan Kwade, 2013). Berikut ini parameter parameter *planetary ball mill*.

1) *Grinding Ball*

Fungsi *grinding ball* dalam proses penggilingan adalah sebagai penghancur serbuk atau digunakan untuk memperkecil ukuran partikel. Oleh karena itu, material pembentuk bola giling harus memiliki kekerasan yang tinggi agar tidak terjadi kontaminasi saat terjadi benturan dan gesekan antara serbuk, bola, dan wadah penggilingan. Ukuran bola yang dapat digunakan dalam proses *milling* ini bermacam-macam. Pemilihan ukuran bola bergantung pada ukuran serbuk yang akan dipadu (Solafide W, 2015).

2) *Disk Rotation Speed*

Parameter ini disebut juga laju penggilingan, yang memiliki peranan pada kecepatan untuk meningkatkan efektivitas laju produksi dari serbuk nano yang dihasilkan oleh *planetary ball mill*. Besar kecepatan maksimum tiap jenis *milling* akan berbeda, ketika perputaran *ball mill* semakin cepat, energi yang dihasilkan juga akan semakin besar. Di samping itu, *design* dari *milling* ada pembatasan kecepatan yang harus dilakukan. Sebagai contoh pada *ball mill*, meningkatkan kecepatan akan mengakibatkan bola yang ada di dalam *chamber* juga akan semakin cepat pergerakannya, tenaga yang dihasilkan pun juga besar. Tapi jika kecepatan melebihi kecepatan kritis akan terjadi *pinned* pada dinding bagian dalam sehingga bola-bola tidak jatuh dan tidak menghasilkan gaya *impact* yang optimal. Hal ini akan berpengaruh pada waktu yang dibutuhkan untuk mencapai hasil yang diinginkan (Suryanarayana, 2001).

3) *Ball To Powder Weight Ratio (BPR)*

Rasio berat bola atau *ball to powder weight ratio* adalah variabel yang penting dalam proses *milling*, rasio berat-serbuk mempunyai pengaruh yang signifikan terhadap waktu yang dibutuhkan untuk mencapai ukuran dari bubuk yang dilakukan *milling*. Semakin tinggi BPR semakin pendek waktu yang dibutuhkan. Hal ini dikarenakan peningkatan berat bola tumbukan per satuan waktu meningkat dan konsekuensinya adalah banyak energi yang ditransfer ke partikel serbuk dan proses *milling* berjalan lebih

cepat. 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 (Rizlan dan Mamat, 2014). BPR digunakan peneliti sebagai parameter yang penting karena variasinya dapat dibuat bermacam macam dengan tujuan untuk menghasilkan penelitian yang lebih baik dari penelitian sebelumnya.

4) Waktu *Milling*

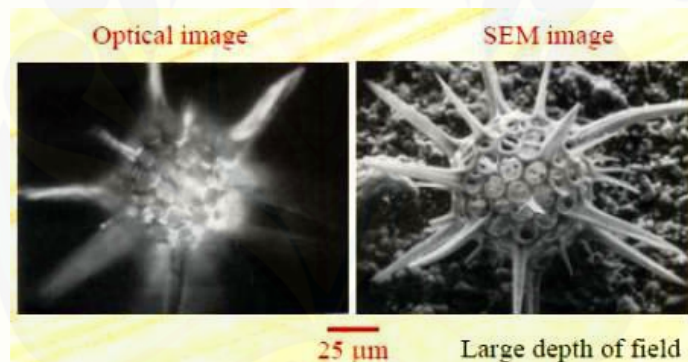
Waktu *milling* merupakan salah satu parameter yang penting untuk *milling* pada serbuk. Pada umumnya waktu dipilih untuk mencapai posisi tepatnya antara pemisahan dan pengelasan partikel serbuk untuk memudahkan memadukan logam. Variasi waktu yang diperlukan tergantung pada tipe *milling* yang digunakan, pengaturan *milling*, intensitas *milling* BPR, dan temperatur pada *milling*. Parameter ini sangat erat kaitannya dengan efisiensi proses dan menentukan ukuran 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 (Rizlan dan Mamat, 2014). Namun, waktu *milling* yang sangat lama dapat menimbulkan kontaminasi dari serbuk dan beberapa fase yang tidak diinginkan akan terbentuk. Pada umumnya dihitung waktu yang diambil untuk mencapai kondisi yang tepat, yaitu jangka pendek untuk energi *milling* yang tinggi dan jangka waktu lama untuk energi *milling* yang rendah. Waktu yang dibutuhkan lebih sedikit untuk BPR dengan nilai-nilai yang tinggi dan waktu yang lama untuk BPR dengan nilai rendah (Suryanaraya, 2001).

2.5 Karakterisasi Nanomaterial

2.5.1 Scanning Electron Microscope (SEM)

Scanning Electron Microscope (SEM) adalah salah satu jenis *microscope electron* yang menggunakan berkas elektron untuk menggambarkan bentuk permukaan dari material yang di analisis. Prinsip kerja dari SEM ini adalah

menggambarkan permukaan benda atau material dengan berkas elektron yang dipantulkan dengan energi tinggi. Permukaan material yang disinari atau terkena berkas elektron akan memantulkan kembali berkas elektron atau dinamakan berkas elektron sekunder ke segala arah. Namun, dari semua berkas elektron yang dipantulkan terdapat satu berkas elektron yang dipantulkan dengan intensitas tertinggi. Detektor yang terdapat di dalam SEM akan mendeteksi berkas elektron berintensitas tertinggi yang dipantulkan oleh benda atau material yang di analisis. Elektron memiliki resolusi yang lebih tinggi daripada cahaya. Cahaya hanya mampu mencapai 200 nm sedangkan elektron bisa mencapai resolusi sampai 0,1-0,2 nm. Elektron berinteraksi dengan spesimen sehingga menghasilkan sinyal-sinyal yang mengandung informasi mengenai topografi permukaan spesimen (Wijayanto dan Bayuseno, 2014). Perbedaan hasil gambar yang didapat dari *microscope optical* dengan *scanning electron microscope* pada gambar 2.7.



Gambar 2.9 Hasil gambar *microscope optic* dan *scanning electron microscope* (Wijayanto dan Bayuseno, 2014)

Karakterisasi spesimen dilakukan dengan menggunakan *scanning electron microscope* (Gambar 2.10). SEM tidaklah sekedar pengambilan gambar dan fotografi, tetapi harus dilakukan dengan teknik dan metode operasi yang benar mengingat proses pembentukan *image* pada alat ini merupakan proses fisika yang merupakan interaksi antara elektron dengan atom pada bahan. SEM harus dioperasikan dengan pengaturan parameter elektron seperti *high voltage*, *spot size*, *bias*, dan *beam current* juga parameter optik seperti kontras, fokus, dan *astigmatisma* yang tepat sehingga diperoleh hasil gambar yang optimal secara ilmiah dan tidak memberikan interpretasi ganda (Sujatno dkk., 2015).



Gambar 2.10 Phenom pro x desktop (Setyaningsih dkk., 2017)

SEM merupakan salah satu tipe mikroskop elektron yang mampu menghasilkan resolusi tinggi dari gambaran suatu permukaan sampel. Oleh karena itu, gambar yang dihasilkan oleh SEM mempunyai karakteristik secara kualitatif dalam dua dimensi karena menggunakan elektron sebagai pengganti gelombang cahaya serta berguna untuk menentukan struktur permukaan sampel. Material yang dikarakterisasi SEM yaitu berupa lapisan tipis yang memiliki ketebalan $20\ \mu\text{m}$ dari permukaan. SEM atau mikroskop elektron ini memfokuskan sinar elektron (*electron beam*) di permukaan objek dan mengambil gambar dengan mendeteksi elektron yang muncul pada permukaan obyek (Cahyana dan Marzuki, 2014). Menurut Sanjaya dkk (2014) prinsip kerja SEM adalah sebagai berikut.

- a. Sebuah pistol elektron memproduksi sinar elektron dan dipercepat dengan anoda.
- b. Lensa magnetik memfokuskan *electron* menuju ke sampel.
- c. Sinar elektron yang terfokus memindai keseluruhan sampel dengan diarahkan oleh koil pemindai.
- d. Ketika *electron* mengenai sampel akan mengeluarkan *electron* baru yang akan diterima oleh detektor dan dikirim ke monitor (CRT).

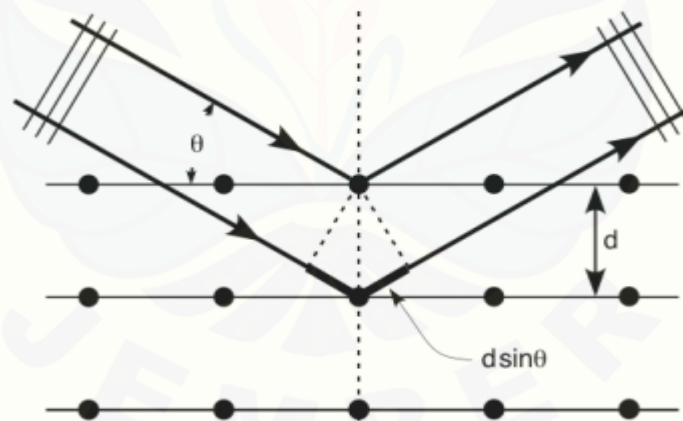
2.5.2 X-Ray Diffraction (XRD)

X-Ray Diffraction (XRD) merupakan salah satu metode karakteristik material yang paling tua dan paling sering digunakan hingga sekarang. Teknik ini digunakan untuk mengidentifikasi fasa kristalin dalam material dengan cara menentukan parameter struktur kisi serta untuk mendapatkan ukuran partikel. Dapat dikatakan

untuk menganalisis unsur-unsur yang terkandung baik bahan logam maupun non logam (Kimia dan Ganesha, 2013).

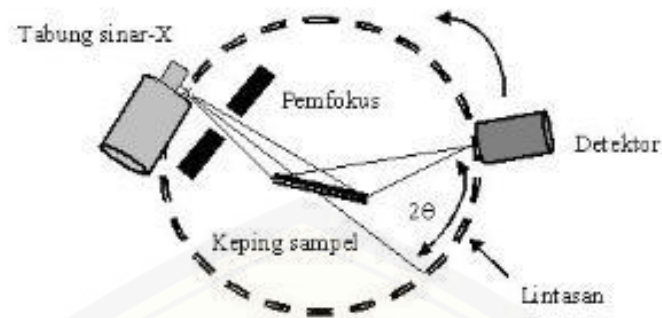
Hasil dari penembakan logam dengan elektron energi tertinggi dengan karakterisasi tersebut sinar-X mampu menembus zat padat sehingga dapat digunakan untuk menentukan struktur kristal. Hamburan sinar ini dihasilkan bila suatu elektron logam ditembak dengan elektron-elektron berkecepatan tinggi dalam tabung hampa udara (Beiser, 1965).

Metode *difraktometer* serbuk ialah untuk mencatat difraksi sampel *polikristal*. Pada analisis struktur material berbasis bahan alam ini, digunakan alat *difraktometer*. Puncak-puncak difraksi yang dihasilkan dengan menggunakan alat pencacah. Umumnya menggunakan pencacah geiger dan sintilasi. Alat monitor dapat diputar mengelilingi sampel dan diatur pada sudut 2θ terhadap alur datang. Alat monitor dijajarkan supaya sumbunya senantiasa melalui dan bersudut tepat dengan sumbu putaran sampel pada gambar 2.11. Intensitas sinar-X yang difraksi sebagai fungsi sudut 2θ (B.D. Cullity and S.R.Stock, 1978).



Gambar 2.11 Difraksi sinar-x pada bidang atom (Rahman, 2016)

Salah satu teknik yang digunakan untuk menentukan struktur suatu padatan kristalin adalah dengan menggunakan metode difraksi sinar X Serbuk (*X-ray Powder Diffraction*) seperti terlihat pada gambar 2.12 berikut



Gambar 2.12 Prinsip kerja *x-ray diffraction* (Beiser, 1992).

Dari gambar di atas dapat dijelaskan jika sinar-X ditembakkan pada sampel padatan kristalin, bidang kristal ini akan membiaskan sinar-X yang memiliki panjang gelombang yang sama dengan jarak kisi dalam kristal yang memenuhi hukum Bragg sebagai berikut.

$$n\lambda = 2d \sin \theta \dots\dots\dots 2.2$$

Keterangan:

λ = panjang gelombang sinar-x (\AA)

d = jarak antar kisi (\AA)

θ = sudut difraksi (derajat)

$n = 1,2,3$, dst. (orde difraksi)

Difraksi sinar-X juga dapat digunakan untuk mengetahui ukuran kristal (*crystallite size*) menggunakan persamaan Debye Scherrer yang dirumuskan sebagai berikut.

$$D = \frac{K \lambda}{\beta \cos \theta} \dots\dots\dots 2.3$$

Keterangan:

D = ukuran kristal

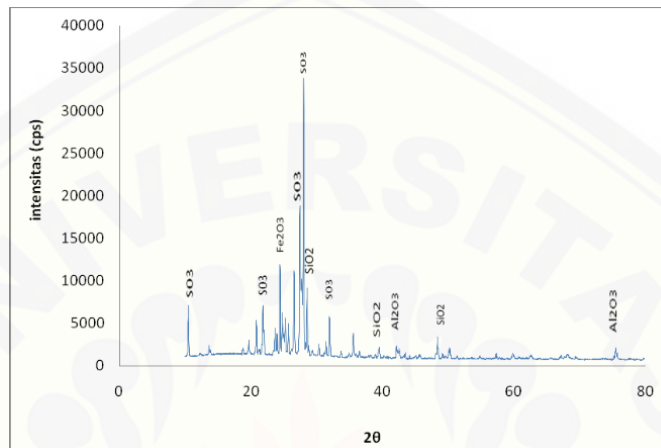
K = faktor bentuk dari kristal (0,9-1)

λ = panjang gelombang dari sinar-x (1,54056 \AA)

β = nilai dari *full width at half maximum*

θ = sudut difraksi (derajat)

Sinar yang dibiaskan akan ditangkap oleh detektor, kemudian akan mencatat puncak intensitas yang bersesuaian dengan orde pembiasan (orde- n) yang digunakan. Lalu akan ditampilkan dalam bentuk grafik yaitu grafik *difraktogram* yang merupakan grafik hubungan antara intensitas (*cps*) dengan 2θ . Dapat dilihat pada grafik berikut.



Gambar 2.13 Contoh grafik analisis sampel dari uji XRD (Purnawan dan Karina, 2014)

Pada gambar 2.13 menunjukkan grafik hasil XRD, besarnya intensitas relatif dari deretan puncak-puncak tersebut bergantung pada jumlah atom atau ion yang ada dalam sampel. Semakin banyak bidang kristal yang terdapat dalam sampel akan semakin kuat intensitas pembiasan yang dihasilkan. Tiap puncak yang ada pada pola XRD mewakili satu bidang kristal yang memiliki orientasi tertentu (Widyawati, 2012).

Prinsip kerja XRD secara umum terdiri dari tiga bagian utama, yaitu tabung sinar-X, tempat objek yang diteliti, dan detektor sinar-X. Sinar-X dihasilkan di tabung sinar-X yang berisi katoda dengan memanaskan filamen sehingga menghasilkan elektron. Perbedaan tegangan menyebabkan percepatan elektron akan menembaki objek. Ketika *elektron* mempunyai tingkat energi yang tinggi dan menabrak elektron dalam objek akan dihasilkan pancaran sinar-X. Objek dan detektor berputar untuk menangkap dan merekam intensitas refleksi sinar-X. Detektor merekam dan memproses sinyal sinar-X dan mengolahnya dalam bentuk grafik. Metode analisis difraksi sinar-X menggunakan bahan seperti keramik, komposit, polimer dan lain-lain (B.D. Cullity and S.R. Stock, 1978).

2.6 Aplikasi ZnO Pada *Coating*

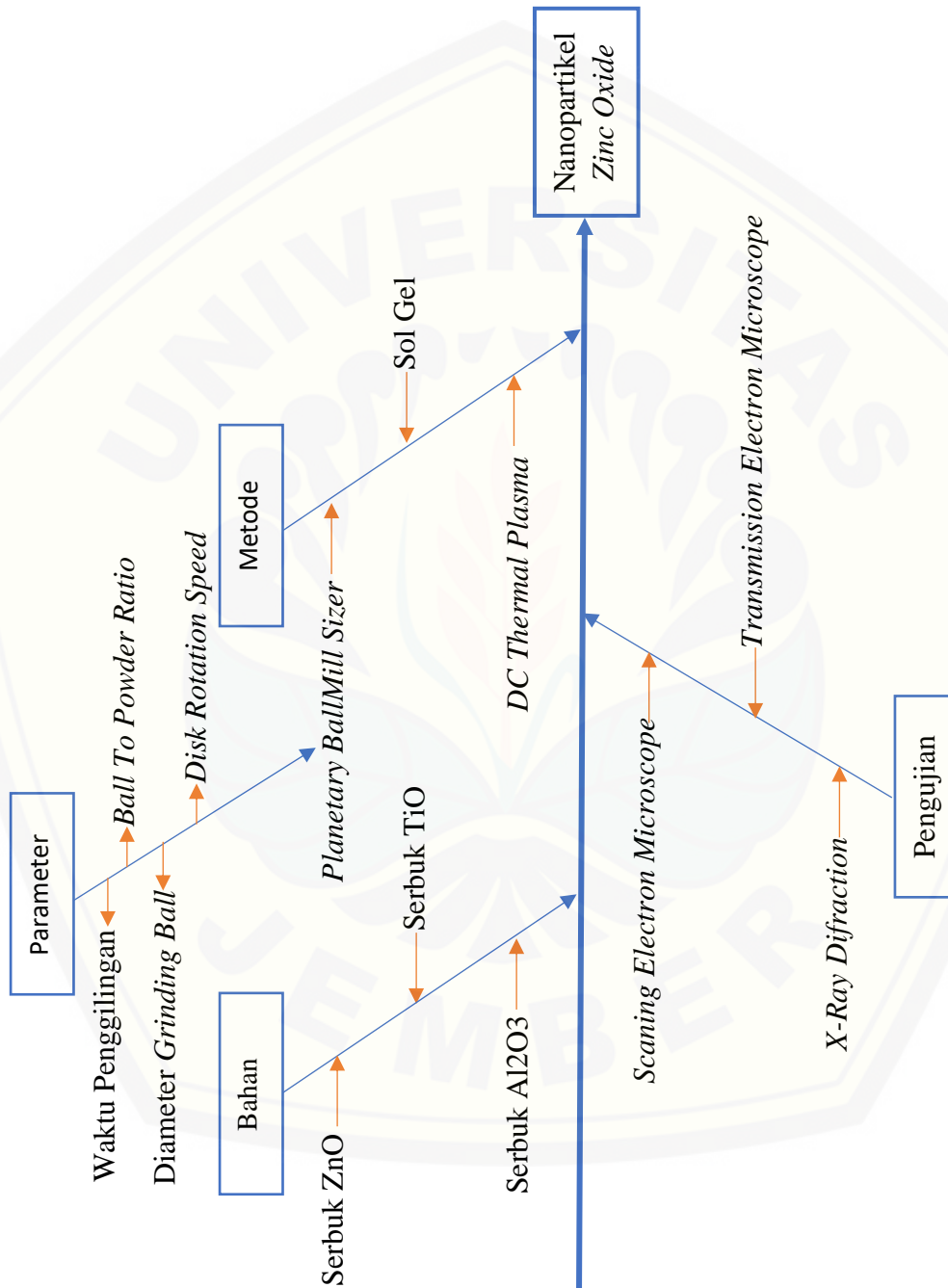
Penerapan *coating* seringkali digunakan untuk melindungi logam konstruksi yang rawan terhadap korosi. Logam baja merupakan material konstruksi yang seringkali diaplikasikan pada berbagai macam struktur karena memiliki sifat mekanik yang baik serta mudah diterapkan (Setiawan, 2018). Penggunaan material sejenis zink sering digunakan pada *coating* untuk mengendalikan korosi pada logam termasuk pada baja.

ZnO digunakan dalam *coating* untuk mengendalikan korosi pada logam termasuk pada baja. *Zinc oxide* merupakan bahan alternatif pengganti *zinc chromate*. Kelebihan dari ZnO adalah tidak beracun, ramah lingkungan, harga murah, dan ketahanan korosi relatif baik (Mahdavian dan Attar, 2006). Selain itu, ZnO memiliki efek *photovoltaic* yang dapat menghasilkan elektron yang dapat berpindah serta terakumulasi pada logam substrat ketika terpapar oleh radiasi matahari. Hal tersebut menyebabkan potensial logam bergeser menjadi lebih negatif daripada potensial korosi sehingga laju korosi dapat dihambat (Sun dkk., 2008)

Beberapa penelitian sebelumnya melaporkan bahwa nano komposit *coating* yang terbentuk dari 3% wt nano ZnO di dalam poliuretan dapat meningkatkan ketahanan korosi hingga dua kali lebih tinggi dibandingkan kondisi tanpa ditambahkan ZnO. Disebutkan juga bahwa penambahan partikel ZnO berukuran nano dapat meningkatkan ketahanan korosi baja tergalvanisasi yang dilapisi dengan pelapis epoksi (Ramezanzadeh dan Attar, 2011). Selain itu, penggunaan ZnO berukuran nano menyebabkan adhesi dari *coating* pada permukaan logam meningkat (Setiawan, 2018).

2.7 Fish Bond Diagram

Berikut adalah diagram *fishbone* penelitian pengaruh *disk rotation speed* dan diameter *grinding ball* menggunakan metode *planetary ball mill* terhadap karakteristik nanopartikel ZnO:



Gambar 2.14 Fish bond diagram

BAB 3. METODOLOGI PENELITIAN

3.1 Metode Penelitian

Penelitian ini meliputi dua kegiatan yakni pembuatan dan pengujian nanopartikel ZnO dengan variasi parameter diameter *grinding ball* dan *disk rotation speed*. Pembuatan sampel yakni serbuk ZnO yang berukuran 64 mikron dimasukkan ke dalam setiap mangkuk dengan perbandingan *ball to powder weight ratio* 20:1 dengan dua variasi *disk rotation speed* sebesar (300 dan 400) rpm menggunakan dua diameter bola sebesar (5 dan 10) mm. Waktu yang dibutuhkan untuk proses penggilingan ini selama 5 jam. Setelah proses penggilingan dilakukan proses penyaringan menggunakan saringan berukuran 0,3 mikron dan dilakukan proses penimbangan kembali menggunakan timbangan digital. Hasil dari penimbangan dilakukan pengujian menggunakan *Scanning Electron Microscope (SEM)* dan *X-Ray Diffraction (XRD)*.

3.2 Tempat dan Waktu Penelitian

Pembuatan spesimen dilakukan di Laboratorium Teknologi Terapan Jurusan Teknik Mesin, Fakultas Teknik Universitas Jember pada bulan Januari hingga Maret 2020. Pengujian *Scanning Electron Microscope (SEM)* dilakukan di Laboratorium bersama, Universitas Negeri Malang dan Pengamatan *X-Ray Diffraction (XRD)* dilakukan di Laboratorium Departemen Teknik Material, Institut Teknologi Sepuluh November.

3.3 Alat dan Bahan

Pada penelitian ini terdapat beberapa alat dan bahan yang digunakan selama proses penelitian. Beberapa peralatan dan bahan yang digunakan yakni sebagai berikut:

3.3.1 Alat

a. *Planetary Ball Mill* dengan spesifikasi sebagai berikut.

- 1) Dimensi : 1000x800x670 mm
- 2) Motor : 5 HP/3,7 Kw
3 Phase
- 3) Inverter : 3 Phase
- 4) Volume Mangkuk : 250 L (Alumina)
- 5) Bola penggiling : \varnothing 5 mm
 \varnothing 10 mm



Gambar 3.1 Planetary ball mill

b. *Scanning Electron Microscope (SEM)* dengan spesifikasi sebagai berikut.

- Model : Inspect S50
- Tegangan : 200 hingga 30 kV
- Jenis Mikroskop Elektron : SEM
- Jenis Mikroskop : Electron
- Spesifikasi Tambahan : Resolusi
- Vakum tinggi:
- 3.0 nm pada 30kV (SE)
 - 10 nm pada 3kV (SE)
 - 4.0 nm pada 30kV (BSE)

Vakum rendah:

- 3.0 nm pada 30kV (SE)
- 4.0 nm pada 30kV (BSE)
- < 12 nm pada 3kV (SE)

Probe Current: up to 2 μ A – continuously adjustable

c. *X-Ray Diffraction (XRD)* dengan spesifikasi sebagai berikut.

- Model : X-Ray Diffraction
- Type : Panalytical X'pert Pro
- Tabung X-Ray : Tabung keramik dengan sinar-X Cu, kemampuan daya 2 kW, pendinginan air, "fokus halus panjang", penghapusan $K\beta$ (filter Ni).
- Goniometer : Goniometer vertikal geometri θ - θ , roda gigi pengendali θ dan 2θ independen, rentang sudut dari 0.2° , kemungkinan untuk mengubah diameter goniometer, presisi sudut 0.001° .
- Optik : Modul optik pada berkas primer dan sekunder: celah dan kolimator untuk pengukuran difraktometer dan reflektifitas dengan tiga elemen yang dioperasikan dengan komputer; memungkinkan untuk mengukur dengan cermin Goebel; sistem PreFix memungkinkan pertukaran yang mudah (tanpa penyalarsan ulang) detail.
- Detektor : Detektor proporsional untuk pengukuran reflektifitas; beberapa detektor strip *real time* untuk pengukuran xrd memungkinkan untuk memperoleh pengumpulan data sangat cepat.
- Lainnya : Ruang suhu tinggi yang dirancang untuk pengukuran pada suhu hingga 1200°C ; Buka *eulerian cradle* untuk mengetahui stres dan tekstur; *spinner kapiler* untuk pengukuran transmisi.

d. Neraca Digital

e. *Stopwatch/Timer*

f. Saringan

- g. Gelas beker
- h. Kuas
- i. *Tachometer*
- j. *Lubricating Tools*
- k. Mangkuk Penggiling
- l. *Furnace*
- m. *Magnetic Stirrer*
- n. Mangkuk Keramik
- o. Gelas Ukur
- p. Botol Sampel

3.3.2 Bahan

- a. Serbuk *Zinc Oxide (ZnO)* dengan komposisi sebagai berikut.

Tabel 3.1 Sifat-sifat *Zinc Oxide*

Sifat-sifat	Keterangan
Berat molekul	Zn,65.38;O,16.00;ZnO,81.38
Ukuran Serbuk	64 Mikron
Kisi	Hexagonal, Wurtzite
Konstanta kisi	a=0.32 nm, c=0.52 nm c/a =1.60
Densitas	5780 kg m ⁻³
Kekuatan tekan (MPa)	29,87 (MPa)
Energi celah pita	3,2 ev
Formasi entalpi	-384.2 kJ mol ⁻¹
Titik leleh	1700 °C
Kelarutan	1.6x10 ⁻⁶ kg per kg H ₂ O 25 °C
Konstanta elektrik	8.54

- b. *Stearic Acid*

3.4 Variabel Penelitian

3.4.1 Variabel bebas

Variabel bebas merupakan variabel yang nilainya ditentukan sebelum melakukan penelitian. Berikut ini variabel bebas pada penelitian ini.

Tabel 3.2 Variabel bebas

No.	Variabel Bebas	
	Disk Rotation Speed (rpm)	Diameter Bola (mm)
1	300	5
		10
2	400	5
		10

3.4.2 Variabel Tetap

Variabel tetap merupakan variabel yang nilainya tetap selama penelitian dilakukan. Berikut ini variabel tetap pada penelitian ini.

Tabel 3.3 Variabel tetap

No.	Variabel Tetap	Kondisi Pelaksanaan
1.	Waktu Penggilingan	5 Jam
2.	Ball To Powder Weight Ratio (BPR)	20:1

3.4.3 Variabel Terikat

Variabel terikat merupakan variabel yang nilainya ditentukan berdasarkan variabel bebas. Pada penelitian ini yang menjadi variabel terikat yaitu pengujian nanopartikel ZnO. Pengujian yang dilakukan yaitu *Scanning Electron Microscope (SEM)* dan *X-Ray Diffraction (XRD)*

3.5 Proses Pembuatan Sampel

Proses pembuatan sampel dilakukan menggunakan metode *planetary ball mill*. Proses pertama yang dilakukan adalah menimbang serbuk ZnO dengan *ball to powder weight ratio* 20:1 terhadap variabel bebas.

3.5.1 Preparasi Sampel

- a. Menimbang Serbuk ZnO seberat 10 gram.
- b. Menimbang *stearic acid* seberat 2 gram.
- c. Menyiapkan bola penggiling dengan diameter (5 dan 10) mm dan ditimbang seberat 200 gram.

3.5.2 Proses Penggilingan

- a. Menyiapkan mesin *planetary ball mill*.
- b. Bersihkan serbuk yang tersisa pada mangkuk menggunakan kuas.
- c. Memasang mangkok pada mesin *planetary ball mill*.
- d. Memasukkan serbuk ZnO, *stearic acid* dan bola penggiling yang sudah ditimbang menggunakan timbangan ke dalam mangkuk.
- e. Tutup mangkuk dan pasang pengaman mangkuk.
- f. Hubungkan *panel box planetary ball mill* ke sumber listrik.
- g. Kemudian aktifkan *inverter*.
- h. Mesin dinyalakan dengan cara memutar *inverter* yang berada pada *panel box*.
- i. Atur kecepatan putar disk (300 dan 400) rpm.
- j. Lakukan penggilingan selama 5 jam.
- k. Mematikan mesin.
- l. Mengambil dan mengumpulkan sampel serbuk hasil penggilingan.
- m. Memanaskan serbuk di dalam *furnace* pada suhu 380 °C selama 30 menit.
- n. Serbuk dimasukkan ke wadah dan digerus menggunakan *magnetic stirrer*.
- o. Lakukan penyaringan dan pengayakan pada masing-masing sampel dengan ukuran saringan sebesar 0,3 mikron.
- p. Kemudian sampel ditimbang dan dimasukkan ke dalam botol sampel.

3.6 Pengujian Sampel

3.6.1 Scanning Electron Microscope (SEM)

- a. Menimbang serbuk ZnO sebesar 0,5 gram.
- b. Sampel serbuk nano ZnO dimasukkan ke dalam *sample chamber*.

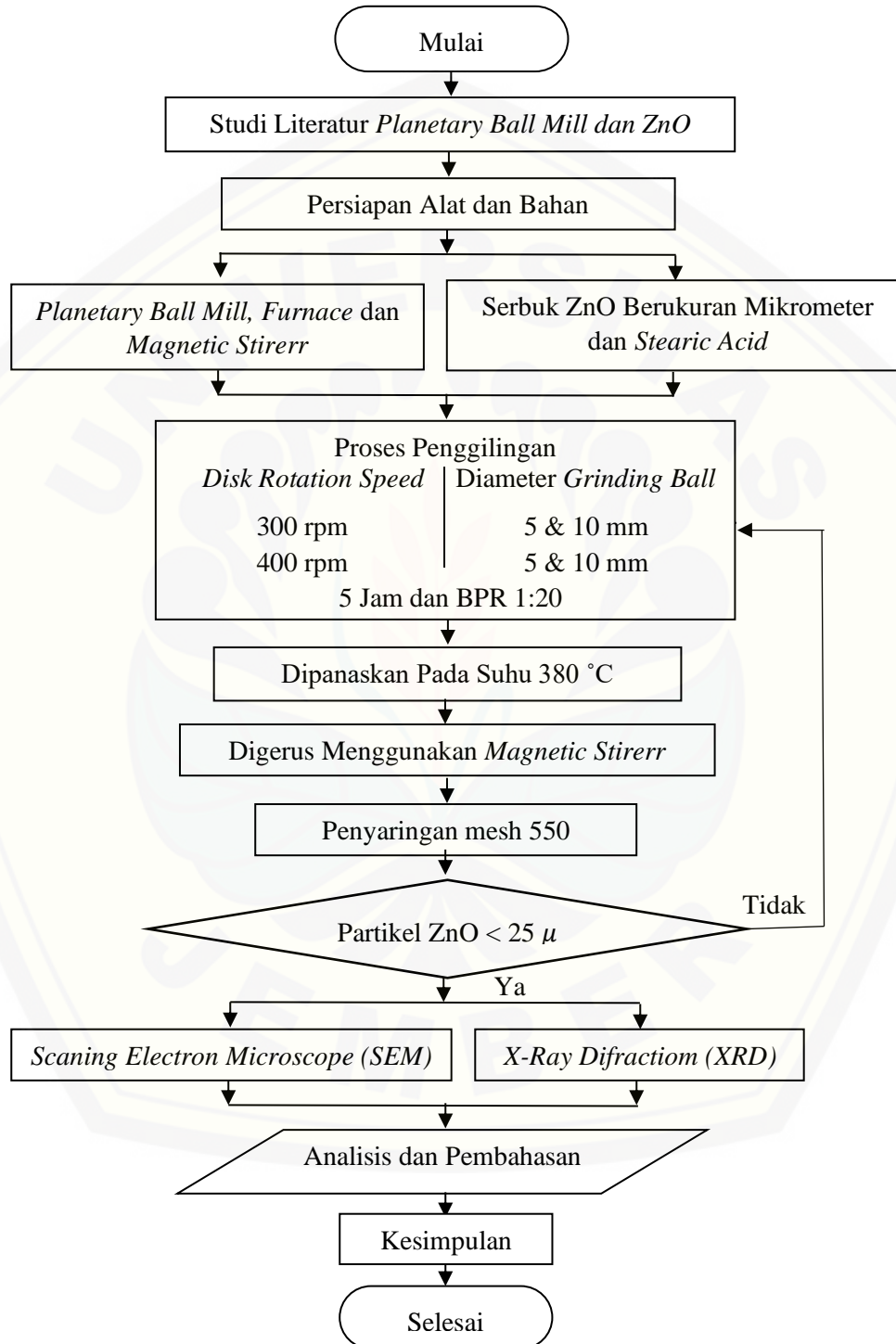
- c. Ditutup dan menunggu kondisi filament (siap dinaikkan dayanya perlahan-lahan) selama kurang lebih 20 menit.
- d. Setelah mesin siap kemudian ditembakkan *secondary electron* dan *backscattered electron*.
- e. Kemudian dideteksi oleh detektor ditampilkan dalam bentuk gambar.

3.6.2 X-Ray Electron (XRD)

- a. Menimbang serbuk ZnO sebesar 0.5 gram.
- b. Dilakukan pengujian XRD.
- c. Kemudian didapatkan grafik dengan axis 2θ dan koordinat berupa intensitas.
- d. Untuk mengetahui bentuk senyawa yang berada dalam puncak suatu xrd dilakukan pencocokan dengan *database internasional centre for diffraction data*.

3.6 Diagram Alir Penelitian

Langkah-langkah yang dilakukan pada penelitian pembuatan nanopartikel ZnO disajikan pada Gambar 3.2 di bawah ini.



Gambar 3.2 Diagram alir penelitian

BAB 5. PENUTUP

5.1 Kesimpulan

Berdasarkan hasil penelitian yang telah dilakukan maka dapat disimpulkan bahwa:

1. Partikel ZnO pada parameter *grinding ball* 5 mm dengan *disk rotation speed* 300 rpm mendapat ukuran partikel 61,94 nm, sedangkan parameter *grinding ball* 10 dengan *disk rotation speed* 300 rpm mendapat ukuran partikel 70,73 nm. Pada parameter *grinding ball* 5 mm dengan *disk rotation speed* 400 rpm mendapat ukuran partikel sebesar 56,88 nm sedangkan *grinding ball* 10 dengan *disk rotation speed* 400 rpm mendapat ukuran partikel sebesar 64,96 nm sehingga dikatakan nanopartikel karena berukuran kurang dari 100 nm.
2. Parameter *grinding ball* 5 mm dengan *disk rotation speed* 300 rpm memperoleh ukuran kristal ZnO 39,41 nm sedangkan parameter *grinding ball* 10 mm dengan *disk rotation speed* 400 rpm memperoleh ukuran kristal ZnO 42,73 nm.
3. Parameter diameter *grinding ball* 5 mm dengan *disk rotation speed* 300 rpm dan parameter diameter *grinding ball* 10 mm dengan *disk rotation speed* 400 rpm menghasilkan nilai parameter kisi nanopartikel ZnO adalah $a = 3,25 \text{ \AA}$ dan $c = 5,2 \text{ \AA}$.
4. Parameter *grinding ball* dan *disk rotation speed* menghasilkan nanopartikel ZnO dengan bentuk struktur *hexagonal wurtzite*.

5.2 Saran

Penelitian ini perlu dikembangkan lagi untuk menghasilkan nanopartikel ZnO yang memiliki karakteristik yang optimum, maka:

1. Menggunakan *disk rotation speed* lebih dari 400 rpm.
2. Menggunakan diameter *grinding ball* dengan diameter yang lebih kecil.

DAFTAR PUSTAKA

- Abdullah, M., Y. Virgus, Nirmin, dan Khairurrijal. 2008. Review: sintesis nanomaterial. *Jurnal Nanosains & Nanoteknologi*. 1(2):33–57.
- Afrilia, C. G., D. P. Hanavi, A. Aprilia, L. Safriani, dan A. Y. I. Bahtiar. 2019. STUDI proses sintesis serbuk nano zno beserta dibentuk menjadi nanorods, nanowire, nanotube, nanodiscs, nanokristal dan. 03(02):105–113.
- Aisyah, I. S., W. Caesarendra, dan A. Suprihanto. 2018. Design and testing of umm vertical ball mill (uvbm) for producing aluminium powder. *Journal of Physics: Conference Series*. 1007(1)
- Al Abdullah, K., S. Awad, J. Zaraket, dan C. Salame. 2017. Synthesis of zno nanopowders by using sol-gel and studying their structural and electrical properties at different temperature. *Energy Procedia*. 119:565–570.
- Alagarasi, A. 2011. Chapter-Introduction To Nanomaterials.
- Alfarisa, S., D. A. Rifai, dan P. L. Toruan. 2018. Studi difraksi sinar-x struktur nano seng oksida (zno). *Risalah Fisika*. 2(2):53–57.
- Amirkhanlou, S., M. Ketabchi, dan N. Parvin. 2012. Nanocrystalline / nanoparticle zno synthesized by high energy ball milling process. *Materials Letters*. 86:122–124.
- Arif, R. dan N. Hasanah. 2020. EVALUASI efek inkorporasi kombinasi dopan mg 2 + dan fe 3 + terhadap karakteristik optik dan struktur nanoplatform teranostik zno. 23(3):112–117.
- B.D. Cullity and S.R.Stock. 1978. *Elements of X-RAY DIFFRACTION Second Edition. Plant Management & Physiology*.
- Beiser, A. 1965. Concepts of modern physics (clear, but error-prone). *American Journal of Physics*. 33(8):667.
- Broseghini, M., L. Gelisio, M. D’Incau, C. L. Azanza Ricardo, N. M. Pugno, dan P. Scardi. 2016. Modeling of the planetary ball-milling process: the case study of ceramic powders. *Journal of the European Ceramic Society*. 36(9):2205–2212.
- Bruno, L. 2019. 濟無No title no title. *Journal of Chemical Information and Modeling*. 53(9):1689–1699.
- Burmeister, C. F. dan A. Kwade. 2013. Process engineering with planetary ball millss. *Chemical Society Reviews*. 42(18):7660–7667.

- C. Prommalikit, W. M. and W. P. 2019. Effect of milling speed and time on ultrafine zno powder by high energy ball milling technique effect of milling speed and time on ultrafine zno powder by high energy ball milling technique
- Cahyana, A. dan A. Marzuki. 2014. Analisa sem (scanning electron microscope) pada kaca tzn yang dikristalkan sebagian. *Prosiding Mathematics and Sciences Forum 2014*. 23–26.
- Cramer, C. L. 2017. Applications and advanced sintering techniques of functionally graded zno-based thermoelectric material. (January 2017)
- Ega Sharfina, Rahmad Nuryanto, T. Y. S. P. P. 2015. Jurnal kimia sains dan aplikasi pengaruh variasi waktu milling terhadap karakter produk. *Pengaruh Variasi Waktu Milling terhadap Karakter Produk Sintesis LiMn2O4 dengan Reaksi Padat-Padat*. 18(1):7–12.
- Elektroda, P., T. Pada, D. C. Thermal, P. Dan, V. Waktu, P. Terhadap, dan L. Produksi. 2018. Laju produksi. 1:104–106.
- Ghina Afrilia, C. 2019. Studi proses sintesis serbuk nano zno beserta karakterisasi. *Jurnal Ilmu dan Inovasi Fisika*. 3(2):105–113.
- Hamimah Novi, Imam Sholahuddin, Salahuddin Junus, Santoso Mulyadi, 2018. Elektroda, pengaruh pada, tembaga thermal, d c dan, plasma waktu, variasi terhadap, proses produksi, laju. *Jurnal Stator*. 1:104–106.
- He, L., Y. Tan, X. Wang, T. Xu, dan X. Hong. 2014. Microstructure and wear properties of al₂o₃-ce₂/ni-base alloy composite coatings on aluminum alloys by plasma spray. *Applied Surface Science*. 314(2):760–767.
- Hernández Battez, A., R. González, J. L. Viesca, J. E. Fernández, J. M. Díaz Fernández, A. Machado, R. Chou, dan J. Riba. 2008. CuO, zro₂ and zno nanoparticles as antiwear additive in oil lubricants. *Wear*. 265(3–4):422–428.
- Hernowo, A., D. Fisika, F. Sains, dan U. Diponegoro. 2019. Kristalinitas dan ukuran nanopartikel zno yang dikalsinasi pada temperatur 100 °C dan 200 °C. *Berkala Fisika*. 22(4):125–131.
- Hong, S., J. Park, E. Park, K. Kim, J. Lee, M. Lee, C. Rhee, dan J. Kyu. 2015. Fabrication of titanium carbide nano-powders by a very high speed planetary ball milling with a help of process control agents. *Powder Technology*. 274:393–401.
- Junus, S., Sumarji, Haidzar, dan R. Sidartawan. 2019a. The effect of copper electrode and hss type electrode on dc thermal plasma methode on the characteristics of the nanoparticle al₂o₃. *ARPN Journal of Engineering and Applied Sciences*. 14(1):24–28.
- Junus, S., Sumarji, R. Sidartawan, dan D. Riyanto. 2019b. Influence of magnesium on hardness and microstructure of adc 12 alloy produced by gravity casting method. *Materials Science Forum*. 951 MSF:101–105.

- Junus, S., A. Zulfia, E. Tanoto, dan L. Mariani. 2013. The influence of various percentage of al_2O_3 by using vortex method to tensile strength and the distribution of al_2O_3p composite. *Advanced Materials Research*. 0:8–11.
- Karyasa, I. W. 2013. Studi x-ray fluorensence dan x-ray diffraction terhadap. 2(2):204–212.
- Kurniawan, C., T. B. Waluyo, dan Perdamean Sebayang. 2011. Analisis ukuran partikel menggunakan free software image-j. *Seminar Nasional Fisika*. (Juli 2011):1–9.
- Kuzma, J. dan P. VerHage. 2006. Nanotechnology in agriculture & food production. *Nanotechnology*. (September):43.
- Lemine, O. M., M. A. Louly, dan A. M. Al-Ahmari. 2010. Planetary milling parameters optimization for the production of zno nanocrystalline. *International Journal of Physical Sciences*. 5(17):2721–2729.
- M. Nauva1, W.N. Putra1, S. H. 2018. NANOFLUIDA oleh proses kominusi menggunakan planetary ball mill dan sodium dodecylbenzena sulfonate (sdbs) sebagai. 226–229.
- M. Sumadiyasa1, I. B. S. M. 2018. Penentuan ukuran kristal menggunakan formula scherrer, williamson-hull plot, dan ukuran partikel dengan sem. 19
- Mahdavian, M. dan M. M. Attar. 2006. Another approach in analysis of paint coatings with eis measurement: phase angle at high frequencies. *Corrosion Science*. 48(12):4152–4157.
- Makio Naito, Hosokawa, Masuo, Kiyoshi Nogi, T. Y. 2007. *Nanoparticle Technology Handbook*
- Manasreh, O. 2011. Introduction to nanomaterials and devices. *Introduction to Nanomaterials and Devices*
- Muhriz M, Agus Subagio, P. 2014. Pembuatan Zeolit Nanopartikel Dengan Metode High Energy Milling (Zeolite Nanoparticle Fabrication Using High Energy Milling Method). *Jurnal Sains Dan Matematika*. 2014.
- Mustofa, M. H. 2014. Perbandingan Karakteristik Nanostruktur Hasil Sintesis Metode Sol Gel Dengan Perlakuan Pra-Hidrotermal Dan Ekstraksi Super Kritis. *Skripsi*. 2014
- Nauva M, W.N. Putra, S. harjanto. 2018. Nanofluida oleh proses kominusi menggunakan planetary ball mill dan sodium dodecylbenzena sulfonate. 226–229.
- Norton, C. S. and M. G. 2013. X-ray diffraction. *Journal of Chemical Information and Modeling*. 53(9):1689–1699.

- Özgür, Ü., Y. I. Alivov, C. Liu, A. Teke, M. A. Reshchikov, S. Doğan, V. Avrutin, S. J. Cho, dan H. Morko. 2005. A comprehensive review of zno materials and devices. *Journal of Applied Physics*. 98(4):1–103.
- Park, J. J., S. M. Hong, E. K. Park, M. K. Lee, dan C. K. Rhee. 2012. Synthesis of fe based ods alloys by a very high speed planetary milling process. *Journal of Nuclear Materials*. 428(1–3):35–39.
- Parsons, J. G., J. R. Peralta-Videa, dan J. L. Gardea-Torresdey. 2007. Chapter 21 use of plants in biotechnology: synthesis of metal nanoparticles by inactivated plant tissues, plant extracts, and living plants. *Developments in Environmental Science*. 5(07):463–485.
- Purnawan, S. dan S. Karina. 2014. Karakteristik dan kandungan mineral pasir pantai lhok mee, beureunut dan leungah, kabupaten aceh besar the characteristics and mineral content of coastal sand from lhok mee , beureunut and leungah , aceh besar district. 3(3):263–270.
- Rahman, S. 2016. Rancangan eksperimen analisis struktur mikro sampel dengan prinsip xrd menggunakan metode kristal berputar. *Jurnal Riset dan Kajian Pendidikan Fisika*. 3(1):5.
- Ramezani, M. T. N. 2012. Microstructure and wear properties of al₂o₃-ceo₂/ni-base alloy composite coatings on aluminum alloys by plasma spray. *Applied Surface Science*. 55(2):790–798.
- Ramezanzadeh, B. dan M. M. Attar. 2011. Studying the effects of micro and nano sized zno particles on the corrosion resistance and deterioration behavior of an epoxy-polyamide coating on hot-dip galvanized steel. *Progress in Organic Coatings*. 71(3):314–328.
- Rashvand, M. dan Z. Ranjbar. 2013. Effect of nano-zno particles on the corrosion resistance of polyurethane-based waterborne coatings immersed in sodium chloride solution via eis technique. *Progress in Organic Coatings*. 76(10):1413–1417.
- Rizlan, Z. dan O. Mamat. 2014. Process parameters optimization of silica sand nanoparticles production using low speed ball milling method. *Chinese Journal of Engineering*. 2014:1–4.
- Saniah, S. Purnawan, dan S. Karina. 2015. Karakteristik dan kandungan mineral pasir pantai lhok mee, beureunut dan leungah, kabupaten aceh besar. *Depik*. 3(3):263–270.
- Setiawan, A. 2018. SINTESIS dan karakterisasi zno sebagai coating anti korosi zno/al(oh)₃ pada material baja karbon. *Teknik*. 39(1):55.
- Setyaningsih, N. E., R. Muttaqin, dan I. Mar. 2017. Optimalisasi waktu coating pada bahan komposit alam untuk karakterisasi morfologi dengan scanning electron microscopy (sem)–energi dispersive x-ray spectroscopy 1(2):36–40.

- Singh, K. K. dan S. Bhattacharjee. 2007. Study on the effect of high energy ball milling (a nanomaterial process) on the microstructure and mechanical properties of a (al-si-fe-cu) alloy. 13–15.
- Solafide Wahyu Sipahutar. 2015. Efek Wet Milling Dan Suhu Annealing Terhadap Sifat Fisis, Mikrostruktur, Dan Magnet Dari Flakes NdFeB. *Skripsi*. 2015.
- Sudibyoy, A. 2008. Penerapan Nanoteknologi Dalam Industri Pangan Dan Pengembangan Regulasinya. *Journal of Industrial Research (Jurnal Riset Industri)*, 2(3).
- Sujatno, A., R. Salam, A. Dimiyati, dan Bandriyana. 2015. Studi Scanning Electron Microscopy(SEM) untuk Karakterisasi Proses Oksidasi Paduan Zirkonium. *Jurnal Forum Nuklir (JFN)*. 2015.
- Sun, L., W. J. Boo, A. Clearfield, H. J. Sue, Dan H. Q. Pham. 2008. Barrier properties of model epoxy nanocomposites. *Journal of Membrane Science*. 318(1–2):129–136.
- Suryanarayana, C. 2001. Mechanical alloying and milling. *Progress in Materials Science*. 46(1–2):1–184.
- Tri, A. dan H. Sutanto. 2014. SIFAT optik zinc oxide (zno) yang dideposisi di atas substrat kaca menggunakan metode chemical solution deposition (csd) dan aplikasinya untuk degradasi zat warna methylene blue. 2(1)
- Tsukazaki, A., A. Ohtomo, T. Onuma, M. Ohtani, T. Makino, M. Sumiya, K. Ohtani, S. F. Chichibu, S. Fuke, Y. Segawa, H. Ohno, H. Koinuma, Dan M. Kawasaki. 2005. Repeated temperature modulation epitaxy for p-type doping and light-emitting diode based on zno. *Nature Materials*. 4(1):42–45.
- Vestal, C. R. Dan Z. J. Zhang. 2004. Magnetic spinel ferrite nanoparticles from microemulsions. *International Journal of Nanotechnology*. 1(1–2):240–263.
- Widiyati, N. 2012. Analisis pengaruh heating rate terhadap tingkat kristal dan ukuran butir lapisan tipis bzt yang ditumbuhkan dengan metode sol gel. 1–47.
- Wijayanto Sanjaya Okky dan A.P Bayuseno. 2014. Analisis kegagalan material pipa ferrule nickel alloy n06025 pada waste heat boiler akibat suhu tinggi berdasarkan pengujian: mikrofografi dan kekerasan. *Jurnal Teknik Mesin Undip*. 1(4):33–39.
- Wulandari, D. 2016. ADLN - perpustakaan universitas airangga sintesis dan karakterisasi zno dengan metode solvothermal sebagai alternatif semikonduktor dalam
- Yassinta, D. 2010. Pengaruh Penambahan Cuo Terhadap Karakteristik Elektrik Pada Keramik Varistor Zno Dengan Suhu Penyinteran 1300 C. *Skripsi*. 2010. 76–99.

Lampiran

Alat dan Bahan

a. Planetary Ball Mill



b. Mangkuk



c. Timbangan



d. Furnace



e. Grinding Ball



f. Tacho meter



g. Magnetic Stirrer



h. Mangkuk Krusibel



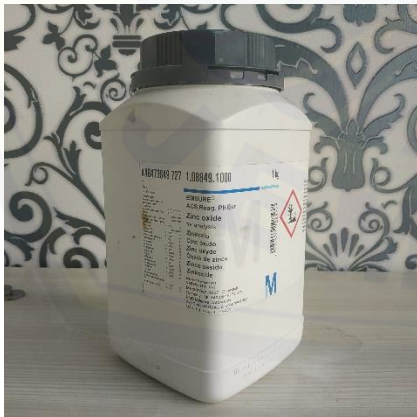
i. Timer



j. Botol Smapel



k. Zinc Oxide



l. Stric Acid



Dokumentasi Penelitian

a. Penimbangan ZnO



b. Penimbangan Steric Acid



c. Proses Penggilingan



d. Pemanasan Serbuk



e. Penggerusan



f. Serbuk hasil Penggilingan



Scanning Electron Microscope

- Gaya Hancur mm *disk rotation speed* 300 rpm

$$\begin{aligned} a &= \omega^2 r & \omega &= \frac{rpm \cdot 2\pi}{60} \\ &= (10\pi)^2 \cdot 0,14 & &= \frac{300 \cdot 2\pi}{60} \\ &= (10 \cdot 3,14)^2 \cdot 0,14 & &= 10 \pi rad/s \\ &= (985,96) \cdot 0,14 & & \\ &= 138,03 \text{ rad/s}^2 & & \end{aligned}$$

Diameter *grinding ball* 5 mm

$$\begin{aligned} F &= m \cdot a \\ &= 0,003 \cdot 138,03 \\ &= 0,41 \text{ N} \end{aligned}$$

Diameter *grinding ball* 10 mm

$$\begin{aligned} F &= m \cdot a \\ &= 0,023 \cdot 138,03 \\ &= 3,17 \text{ N} \end{aligned}$$

- Gaya Hancur mm *disk rotation speed* 400 rpm

$$\begin{aligned} a &= \omega^2 r & \omega &= \frac{rpm \cdot 2\pi}{60} \\ &= (10\pi)^2 \cdot 0,14 & &= \frac{400 \cdot 2\pi}{60} \\ &= (13,33 \cdot 3,14)^2 \cdot 0,14 & &= 13,33 \pi rad/s \\ &= (1751,94) \cdot 0,14 & & \\ &= 245,27 \text{ rad/s}^2 & & \end{aligned}$$

Diameter *grinding ball* 5 mm

$$\begin{aligned} F &= m \cdot a \\ &= 0,003 \cdot 138,03 \\ &= 1,15 \text{ N} \end{aligned}$$

Diameter *grinding ball* 10 mm

$$F = m \cdot a$$

$$= 0,023 \cdot 138,03$$

$$= 8,86 \text{ N}$$

- Gaya Hancur total *disk rotation speed* 300 rpm

$$F = m \cdot a$$

$$= 0,2 \cdot 138,03$$

$$= 27,60 \text{ N}$$

- Gaya hancur total *disk rotation speed* 400 rpm

$$F = m \cdot a$$

$$= 0,2 \cdot 245,27$$

$$= 49,05 \text{ N}$$

X-Ray Diffraction

- Ukuran Kristal

1. Diameter *grinding ball* 5 dan *disk rotation speed* 300 rpm

$$a = \frac{\lambda}{\sqrt{3} \sin \theta}$$

$$c = \frac{\lambda}{\sin \theta}$$

$$a = \frac{1,540598}{\sqrt{3} \sin 15,9}$$

$$c = \frac{1,540598}{\sin 17,235}$$

$$a = \frac{1,540598}{1,732050 \cdot 0,273959}$$

$$c = \frac{1,540598}{0,296292}$$

$$a = 3,2467$$

$$c = 5,19960$$

2. Diameter *grinding ball* 10 dan *disk rotation speed* 400 rpm

$$a = \frac{\lambda}{\sqrt{3} \sin \theta}$$

$$c = \frac{\lambda}{\sin \theta}$$

$$a = \frac{1,540598}{\sqrt{3} \sin 15,9}$$

$$c = \frac{1,540598}{\sin 17,21}$$

$$a = \frac{1,540598}{1,732050 \cdot 0,273959}$$

$$c = \frac{1,540598}{0,295875}$$

$$a = 3,246713$$

$$c = 5,20692$$

- Parameter Kisi

Diameter 5 dan 300 rpm

$$a = \frac{\lambda}{\sqrt{3} \sin\theta}$$

$$a = \frac{1,540598}{\sqrt{3} \sin 15,9}$$

$$a = \frac{1,540598}{1,732050 \cdot 0,273959}$$

$$a = \frac{1,54060}{0,47451}$$

$$a = 3,25$$

$$c = \frac{\lambda}{\sin\theta}$$

$$c = \frac{1,540598}{\sin 17,235}$$

$$c = \frac{1,540598}{0,296292}$$

$$c = 5,2$$

Diameter 10 dan 400 rpm

$$a = \frac{\lambda}{\sqrt{3} \sin\theta}$$

$$a = \frac{1,540598}{\sqrt{3} \sin 15,9}$$

$$a = \frac{1,540598}{1,732050 \cdot 0,273959}$$

$$a = \frac{1,540598}{0,47451}$$

$$a = 3,25$$

$$c = \frac{\lambda}{\sin\theta}$$

$$c = \frac{1,540598}{\sin 17,21}$$

$$c = \frac{1,540598}{0,295875}$$

$$c = 5,2$$