



KAJIAN STRUKTUR KRISTAL, LATTICE STRAIN, DAN KOMPOSISI KIMIA NANOPARTIKEL PASIR BESI YANG DISINTESIS DENGAN METODE BALL MILLING

Devi Taufiq Nurrohman^{1*}, Joko Setia Pribadi²

¹ Program Studi D3 Teknik Listrik, Politeknik Negeri Cilacap, Jalan Dr. Soetomo No. 01 Sidakaya Cilacap Jawa Tengah Indonesia

² Jurusan D3 Teknik Mesin, Politeknik Negeri Cilacap, Jalan Dr. Soetomo No. 01 Sidakaya Cilacap Jawa Tengah Indonesia

Info Artikel

Sejarah Artikel:

Diterima November 2018

Disetujui November 2018

Dipublikasikan Desember 2018

Kata Kunci:

Ball milling, Nanopartikel

Magnetik

Abstrak

Penelitian ini bertujuan untuk mensintesis nanopartikel magnetik pasir besi menggunakan metode ball milling dan mempelajari karakteristiknya. Pasir besi yang digunakan sebagai sampel penelitian berasal dari Pantai Cemara Sewu, Cilacap. Proses sintesis nanopartikel diawali dengan mengukur kecepatan wadah mesin ball milling supaya tidak melebihi kecepatan kritisnya. Selanjutnya sampel dimilling selama 0 jam, 2 jam, 4 jam, dan 6 jam dan kemudian struktur kristal dan lattice strain dari nanopartikel dipelajari masing – masing dengan menggunakan formula Scherrer dan analisis Hall – Williamson dari data karakterisasi XRD sedangkan komposisi kimia dari sampel ditentukan dari hasil karakterisasi XRF. Seluruh data analisis yang diperoleh dari setiap sampel kemudian dielaborasi dan didiskusikan secara detail dalam paper ini untuk mengetahui pengaruh waktu milling terhadap karakteristik nanopartikel yang dihasilkan.

© 2018 Universitas Islam Negeri Mataram

* Corresponding Author: devi.taufiq.n@mail.ugm.ac.id

Alamat korespondensi:

Gedung Pasca Sarjana Lantai 3 Kampus 2 UIN Mataram, Jl. Gajah Mada 100 Jempong Mataram, Indonesia

Email: jurnalkonstan@uinmataram.ac.id

PENDAHULUAN

Pada periode 2010 sampai 2020 ditengarai akan terjadi percepatan yang luar biasa dalam penerapan nanoteknologi di dunia industri. Nanoteknologi merupakan satu ilmu atau teknologi yang mempelajari objek yang ukurannya lebih kecil dari 100 nm yang mana kemudian dari objek tersebut dilakukan manipulasi – manipulasi sehingga menghasilkan benda baru yang menjadi karakter khusus seperti yang diinginkan. Terdapat 3 isu penting dalam pengembangan nanoteknologi yaitu bagaimana membuat material berukuran nano sebagai bahan baku produk nano, bagaimana mengkarakterisasi material yang telah disintesis dan yang terakhir adalah bagaimana menyusun material nano yang telah disintesis menjadi sebuah produk yang diinginkan [1].

Salah satu material yang banyak dikaji dalam bidang rekayasa nanoteknologi adalah nanopartikel magnetik. Sifat magnetik yang menjadi ciri khas dari material ini telah banyak dimanfaatkan dalam berbagai produk teknologi. Bahkan saat ini nanopartikel magnetik semakin digemari karena sifat superparamagnetiknya. Sifat ini hanya akan muncul ketika sebuah material feromagnetik atau ferrimagnetik memiliki ukuran yang kecil (orde nanometer). Beberapa material yang bisa memiliki sifat superparamagnetik antara lain Fe_3O_4 , CoFe_2O_4 , NiFe_2O_4 dan lain – lain. Beberapa dari material tersebut telah banyak dimanfaatkan diantaranya adalah untuk *drug delivery*, *hypertermia*, *magnetic resonance imaging*, biosensor, dan adsorpsi ion logam [2].

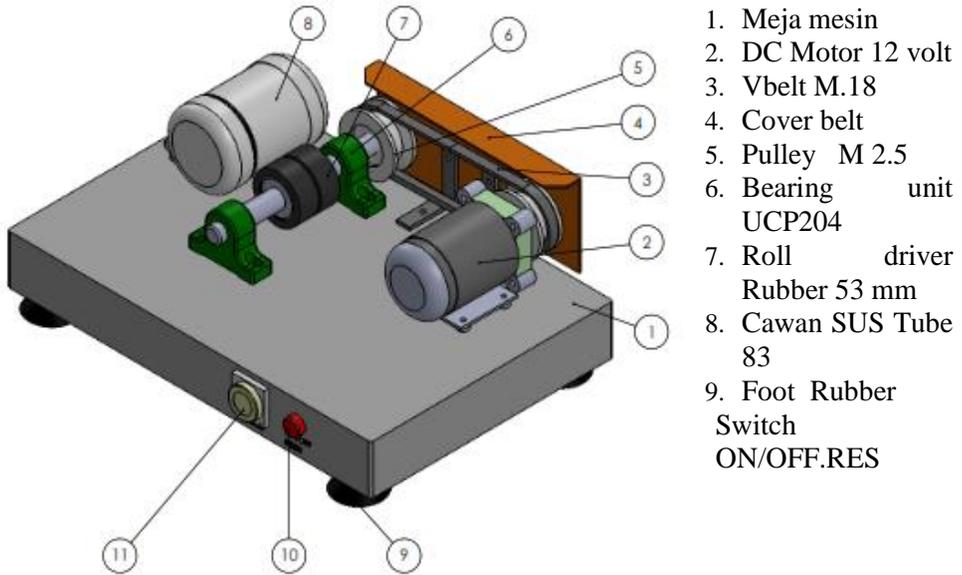
Penelitian ini fokus pada sintesis nanopartikel magnetik pasir besi berbahan dasar sumber daya lokal. Pasir besi merupakan salah satu material magnetik dan dapat memiliki 3 bentuk yang berbeda yaitu magnetit (Fe_3O_4), hematit ($\alpha - \text{Fe}_2\text{O}_3$), dan maghemit ($\gamma - \text{Fe}_2\text{O}_3$). Hingga saat ini para peneliti banyak mengkaji metode untuk membuat nanopartikel magnetik yang bersumber dari pasir besi lokal. Beberapa metode yang dilakukan diantaranya adalah metode kopresipitasi, sol gel, dan *high energy milling* (HEM) [3].

Penelitian ini bertujuan untuk mensintesis nanopartikel magnetik pasir besi menggunakan *High Energy Milling* (HEM) model Ball Milling. Ball milling yang digunakan dikonstruksi di Lab Teknik Mesin, Politeknik Negeri Cilacap. Sampel pasir besi diperoleh dari Pantai Cemara Sewu, Nusawungu dimilling selama 0 jam, 2 jam, 4 jam, dan 6 jam. Material yang telah dimilling kemudian dikarakterisasi untuk mengetahui struktur kristal, ukuran partikel, *lattice strain* dan komposisi kimianya dengan melakukan uji XRD dan XRF.

METODE PENELITIAN

Sintesis nanopartikel magnetik pasir besi pada penelitian ini menggunakan metode Ball Milling. Sampel pasir besi yang digunakan berasal dari endapan pasir daerah Pantai Cemara Sewu, Nusawungu. Lokasi ini dipilih berdasarkan informasi survei geomagnet yang diperoleh dari hasil penelitian yang dilakukan oleh Sehad dkk. Proses pengambilan sampel dilakukan secara manual menggunakan magnet Neodymium N52. Selanjutnya material yang menempel pada magnet permanen kemudian disaring menggunakan saringan ASTM 100 mesh.

Mesin Ball Mill yang digunakan dikonstruksi sendiri menggunakan bahan – bahan yang ada di pasaran. Secara singkat konstruksi mesin ball mill dan komponen penyusunnya pada penelitian ini ditunjukkan pada gambar 1. Wadah sampel yang digunakan terbuat dari bahan *stainless steel* dengan diameter 76,2 mm dan panjang 110 mm. Sedangkan bola yang digunakan untuk milling/ menghaluskan pasir besi terbuat dari baja dengan diameter 12 mm. Sampel yang dimilling dan bola baja kemudian dimasukkan kedalam wadah dan diputar menggunakan motor DC 24 Volt yang dihubungkan dengan roll driver dengan menggunakan Vbelt. Mesin ball mill kemudian dilengkapi dengan timer yang berfungsi untuk mengatur waktu milling berlangsung.



Gambar 1. Mesin Ball Milling yang dikonstruksi dan komponen penyusunnya

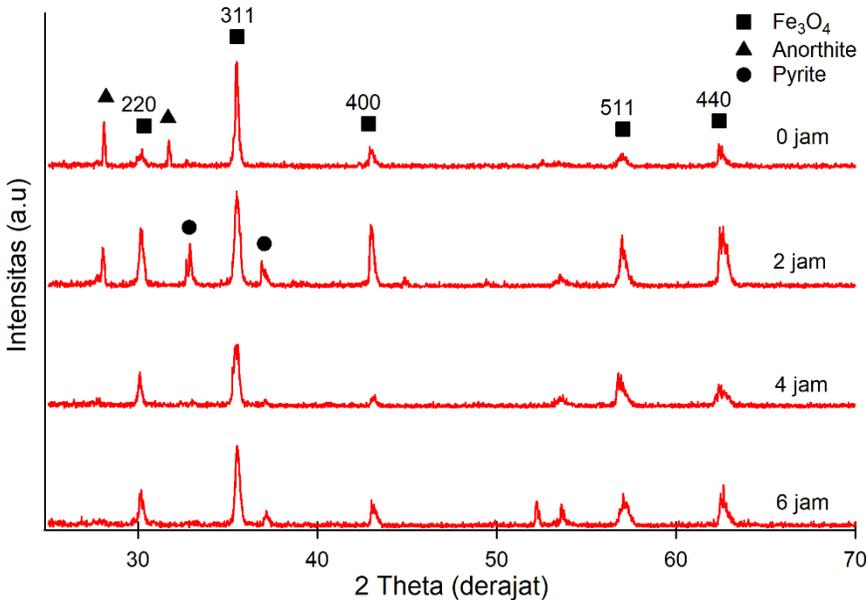
Wadah diputar dengan kecepatan dibawah kecepatan kritisnya. Untuk menentukan kecepatan kritis dari wadah, maka dapat ditentukan dengan persamaan [4]:

$$N_{kr} = \frac{42,3}{\sqrt{D - d}} \quad (1)$$

Dimana N_{kr} menyatakan kecepatan kritis dari wadah dalam satuan rpm, D menyatakan diameter dari wadah yang digunakan dalam meter, sedangkan d menyatakan diameter dari bola baja dalam meter. Jumlah sampel pasir besi dan bola yang dimasukkan kedalam wadah diatur supaya wadah berisi 1/3 volumenya dengan sampel pasir besi, 1/3 volume yang lain adalah volume total bola baja, dan sisanya merupakan ruang kosong.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Struktur kristal dan lattice strain dari material yang disintesis dianalisis berdasarkan data hasil karakterisasi XRD. Gambar 2 menunjukkan puncak – puncak difraksi hasil karakterisasi XRD yang dinyatakan dalam sudut difraksi 2θ dan intensitas yang dihasilkannya. Sampel S1, S2, S3, dan S4 secara berturut – turut merupakan sampel material magnetik yang dimilling selama 0 jam, 2 jam, 4 jam, dan 6 jam. Berdasarkan pengukuran langsung menggunakan Tachometer, kecepatan putaran dari wadah adalah ± 160 rpm. Pada spektrum sampel S1 terlihat bahwa muncul puncak – puncak difraksi pada sudut $2\theta \sim 30,22^\circ, 35,50^\circ, 42,92^\circ, 57,00^\circ,$ dan $62,38^\circ$. Puncak – puncak difraksi tersebut menyatakan indeks miller pada bidang (220), (311), (400), (511), dan (440) yang mana merupakan puncak difraksi material Fe_3O_4 dengan struktur invers spinel dengan *space group* $Fd3m$ sesuai dengan data standar JCPDS (ICDD card No :19-0629) [5]. Puncak – puncak difraksi yang sama juga muncul pada sampel yang lain (S2,S3,S4). Oleh karena itu dapat disimpulkan bahwa material yang diperoleh dari Pantai Cemara Sewu sebagian besar didominasi oleh material Fe_3O_4 .



Gambar 2. Spektrum hasil karakterisasi XRD pada sampel S1 (0 jam), S2(2 jam), S3(4 jam), dan S4(6 jam).

Selain material Fe_3O_4 pada sampel yang dikarakterisasi XRD juga teridentifikasi adanya senyawa kimia lain. Hal tersebut ditandai dengan adanya puncak – puncak difraksi lain yang mana bukan merupakan karakteristik puncak difraksi material Fe_3O_4 . Senyawa tersebut muncul pada sampel S1 dan S2. Pada sampel S1 puncak difraksi pada sudut $2\theta \sim 28,1^\circ$ dan $31,72^\circ$. Puncak difraksi pada kedua sudut tersebut diduga karena adanya material Anorthite (Sodium, Calcium, Aluminium, Silicate) yang terdapat pada sampel [6]. Sedangkan pada sampel S2,

senyawa lain teridentifikasi pada sudut $2\theta \sim 32,92^\circ$ dan $36,98^\circ$. Senyawa tersebut diduga karena adanya material Pyrite (Iron Sulfida) dalam sampel yang dikarakterisasi.

Untuk menentukan ukuran masing – masing partikel dapat ditentukan menggunakan persamaan Scherrer yaitu [7] :

$$D = \frac{k\lambda}{\beta \cos \theta} \tag{2}$$

Dimana D menyatakan ukuran partikel, k merupakan sebuah konstanta sebesar 0,9, λ menyatakan panjang gelombang sinar-x dari Cu-K α , dan θ merupakan sudut bragg/difraksi, serta β menyatakan lebar dari puncak difraksi yang diukur pada setengah intensitas maksimumnya (radian). Berdasarkan perhitungan menggunakan persamaan Scherrer diatas, diperoleh rata – rata ukuran partikel pada sampel S1, S2, S3, dan S4 secara berturut- turut adalah 48,21 nm, 32,48 nm, 27,11 nm dan 26,55 nm.

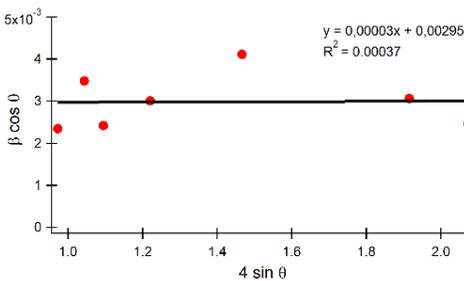
Untuk menentukan Lattice strain dari setiap sampel dapat dihitung dari *Full Width at Half Maximum* (β) dari puncak difraksi. Hubungan antara ukuran partikel dan lattice strain dapat diestimasi dengan persamaan berikut [8] :

$$\beta = \frac{k\lambda}{D \cos \theta} + 4\eta \tan \theta \tag{3}$$

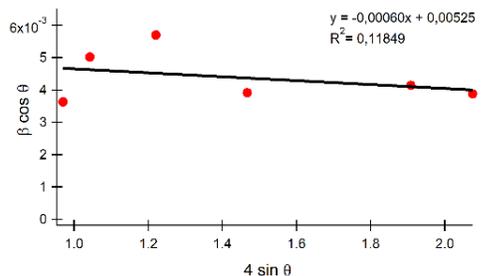
Dimana η merupakan lattice strain dalam satuan %. Persamaan diatas dapat juga dimodifikasi sehingga menjadi :

$$\beta \cos \theta = \frac{k\lambda}{D} + 4\eta \sin \theta \tag{4}$$

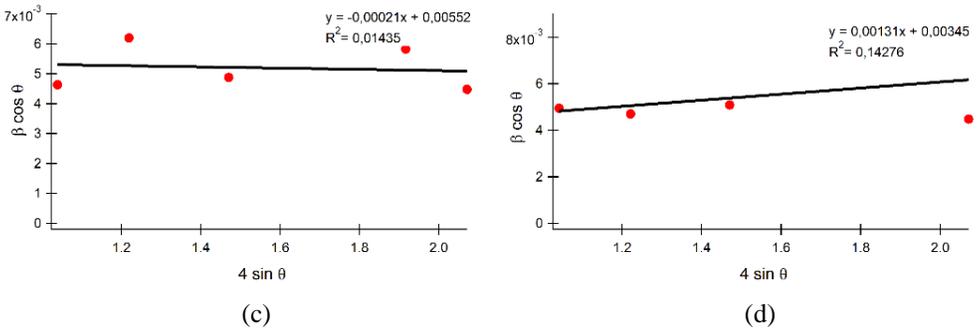
Persamaan ini disebut dengan persamaan Williamson – Hall. Untuk dapat memperoleh nilai lattice strain, maka dapat dilakukan dengan melakukan plotting dengan sumbu-x adalah $4 \sin \theta$ dan sumbu-y adalah $\beta \cos \theta$. Nilai gradien dari grafik yang dihasilkan menyatakan nilai lattice strainnya. Gambar dibawah ini menunjukkan hasil plotting antara $4 \sin \theta$ dan $\beta \cos \theta$.



(a)

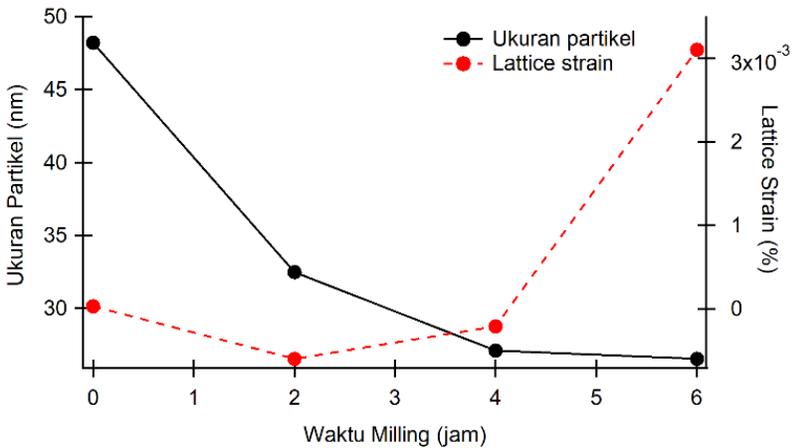


(b)



Gambar 4. Plot $4 \sin \theta$ dan $\beta \cos \theta$ dari sampel (a). S1, (b). S2, (c). S3, dan (d). S4.

Berdasarkan gambar 4, nilai lattice strain untuk sampel S1, S2, S3, dan S4 secara berturut – turut adalah 0,00003, -0,00060, -0,00021, dan 0,00131. Pada sampel S1 dan S4 nilai lattice strain menunjukkan nilai yang positif. Itu bisa terjadi karena akibat adanya regangan tarik didalam kisi kristal, sebaliknya pada sampel S2 dan S3 , nilai lattice strain menunjukkan nilai yang negatif yang mana mengindikasikan adanya regangan tekan pada kisi kristal. Secara sekilas hubungan antara waktu milling terhadap ukuran partikel dan lattice strain ditunjukkan pada gambar dibawah ini. Semakin lama waktu milling maka ukuran partikel akan semakin kecil sebaliknya semakin lama waktu milling, maka lattice strain cenderung mengalami peningkatan. Hal tersebut diduga karena ketika terjadi proses milling maka akan memunculkan panas yang dapat mengakibatkan penumbuhan kristal dan adanya aglomerasi/penggumpalan pada partikel [9][10].



Gambar 5. Grafik pengaruh waktu milling terhadap ukuran partikel dan lattice strain

Tabel 1 menunjukkan hasil uji XRF dari sampel pasir besi yang diperoleh dari Pantai Cemara Sewu. Jumlah senyawa kimia yang terkandung dalam sampel dinyatakan dalam persen. Berdasarkan tabel tersebut dapat disimpulkan bahwa sebanyak 80,41 % dari sampel sebagian besar didominasi oleh material magnetik

Fe₃O₄. Selain material sisanya merupakan material lain dengan jumlah yang lebih sedikit seperti Al₂O₃, SiO₂, TiO₂, MnO, CuO, dan ZnO.

Tabel 1. Hasil XRF sampel pasir besi dari Pantai Cemara Sewu

Komponen	Hasil	Satuan
Al ₂ O ₃	2,109	%
SiO ₂	5,70	%
TiO ₂	10,82	%
MnO	0,646	%
Fe ₂ O ₃	80,41	%
CuO	0,118	%
ZnO	0,170	%

KESIMPULAN DAN SARAN

Material yang diperoleh dari Pantai Cemara Sewu didominasi oleh material Fe₃O₄. Berdasarkan data karakterisasi XRD pada sampel yang dimilling selama 0 jam, 2 jam, 4 jam dan 6 jam dapat disimpulkan bahwa semakin lama proses milling maka akan mengakibatkan ukuran partikel dari sampel menjadi lebih kecil. Sebaliknya lattice strain dari sampel cenderung akan semakin meningkat.

UCAPAN TERIMA KASIH

Penulis mengucapkan terima kasih yang sebesar-besarnya kepada LP3M Politeknik Negeri Cilacap yang telah memfasilitasi pembiayaan penelitian ini melalui skema Penelitian Dosen Pemula tahun 2018 dengan Nomor Kontrak 1057/PL.43/PP/2018.

DAFTAR PUSTAKA

- [1]. Munasir, Triwikantoro, Zainuri, M., & Darminto. (2012). Uji XRD dan XRF pada Bahan Mineral (Batuan dan Pasir) Sebagai Sumber Material Cerdas (CaCO₃ dan SiO₂). *Jurnal Penelitian Fisika Dan Aplikasinya (JPFA)*, 2(1), 20–29.
- [2]. Chem, J. M., Singamaneni, S., Bliznyuk, V. N., & Tsymbal, E. Y. (2011). Magnetic nanoparticles: recent advances in synthesis, self-assembly and applications, 16819–16845.
- [3]. Setiadi, E. A., Sebayang, P., Ginting, M., Sari, A. Y., Kurniawan, C., Saragih, C. S., & Simamora, P. (2016). The synthesization of Fe₃O₄ magnetic nanoparticles based on natural iron sand by co-precipitation method for the used of the adsorption of Cu and Pb ions The synthesization of Fe₃O₄ magnetic nanoparticles based on natural iron sand by co-precipitation. In *IOP Publishing* (pp. 0–6).
- [4]. Azhari, C., & Priyanto, B. (2017). Pengaruh Putaran Mesin Terhadap Hasil Serbuk Lempung pada Mesin Penggiling Bahan Keramik. *Isu Teknologi STT Mandala*, 12(2), 1–8.
- [5]. Jafari, A., Shayesteh, S. F., Salouti, M., & Boustani, K. (2014). Dependence of structural phase transition and lattice strain of Fe₃O₄ nanoparticles on

- calcination temperature. *Indonesian Journal of Physics*, 1–10.
- [6]. Sandengen, K., Jøsang, L. O., & Kaasa, B. (2008). Simple Method for Synthesis of Magnesite (MgCO_3). *Ind. Eng. Chem. Res*, 47, 1002–1004.
- [7]. Chaki, S. H., Malek, T. J., Chaudhary, M. D., Tailor, J. P., & Deshpande, M. P. (2015). Magnetite Fe_3O_4 nanoparticles synthesis by wet chemical reduction and their characterization. *Advances in Natural Sciences: Nanoscience and Nanotechnology*, 6, 1–7.
- [8]. Mote, V. D., Purushotham, Y., & Dole, B. N. (2012). Williamson-Hall analysis in estimation of lattice strain in nanometer-sized ZnO particles. *Journal of Theoretical and Applied Physics*, 6(1), 2–9
- [9]. Hajalilou, A., Hashim, M., Nahavandi, M., & Ismail, I. (2014). Mechanochemical carboaluminothermic reduction of rutile to produce TiC – Al₂O₃ nanocomposite. *Advanced Powder Technology*, 25(1), 423–429.
- [10]. Hashim, M., Ehsan, S. D., Hajalilou, A., & Synthesis, M. (2015). Comparison of structure and magnetic properties of Mn – Zn ferrite mechanochemically synthesized under argon and oxygen atmospheres. *NRC Research Press*, 93(March), 1–6.