

PENGARUH MEDIA SUSPENSI TERHADAP PROSES ULTRASONIC MILLING PADA PARTIKEL *HYDROMAGNESITE*

Eko Sulistiyono¹, Azwar Manaf² dan F.Firdiyono¹

Pusat Penelitian Metalurgi – LIPI¹

Kawasan Puspiptek Serpong, Gedung 470, Tangerang 15314

Departemen Fisika, Fakultas MIPA-Universitas Indonesia²

E-mail : eko.sulistiyono@lipi.go.id

Masuk tanggal : 14-06-2012, revisi tanggal : 09-07-2012, diterima untuk diterbitkan tanggal : 20-07-2012

Intisari

PENGARUH MEDIA SUSPENSI TERHADAP PROSES *ULTRASONIC MILLING* PADA PARTIKEL *HYDROMAGNESITE*. Telah dilakukan kegiatan penelitian pembuatan *hydromagnesite* dengan ukuran butiran nanometer dari mineral dolomit, dengan menggunakan media *aquabidest*, *ethanol absolute* dan *ethylene glycol*. Pada penelitian ini bahan baku *hydromagnesite* diperoleh dari proses ekstraksi dari mineral dolomit melalui proses kalsinasi parsial, *hydrasi* dan karbonisasi. Percobaan pertama mencari pengaruh *ultrasonic milling* terhadap kenaikan temperatur media suspensi dengan tiga media pada konsentrasi 2 % dengan waktu proses 40 menit. Hasil percobaan pertama menunjukkan bahwa proses *ultrasonic milling* yang paling baik adalah dengan media *ethylene glycol*. Hal ini dapat dibuktikan dengan adanya kenaikan temperatur dan hasil analisis SEM. Hasil akhir percobaan dapat diperoleh kesimpulan bahwa penggunaan media *ethylene glycol* mampu menghasilkan partikel ukuran nano dalam bentuk suspensi. Hasil pengukuran dengan Delsa Nano diperoleh hasil terbaik ukuran butiran (23- 95) nm dengan menggunakan pelarut *ethylene glycol* dan waktu *ultrasonic milling* adalah 16 menit.

Kata kunci : Ultrasonic milling, Aquabidest, Ethanol absolute, Erthylene glycol, Hydromagnesite, Nano material

Abstract

THE INFLUENCE OF SUSPENSION MEDIA ON ULTRASONIC MILLING PROCESS IN PARTICLE HYDROMAGNESITE. Research activities have been done to make nano size particles of *hydromagnesite* from dolomite mineral with ultrasonic milling equipment in the *aquabident media* or *ethanol abosulte media* or *ethylene glycol media*. In the research work the raw material of *hydromagnesite* was obtained from the extraction process of dolomite mineral with partial calcination, hydration and carbonization processes. The first step of the process was run in 40 minute. The first experimental result showed that the best contotion of ultrasonic milling process was in the *ethylene glycol media*. It can be evidenced from the increasing of temperature and result of SEM analsysis. The final result can be concluded that in the *ethylene glycol media* can produced nano particle size of *hydromagnesite* e e e in the suspension. Particle size analysis using Delsa Nano shown that the process wich will held in *ethylene glycol media* with 16 minute for run time will produce that best size (23 – 95) nm.

Keywords : Ultrasonic milling, Aquabidest, Ethanol absolute, Erthylene glycol, Hydromagnesite, Nano material

PENDAHULUAN

Salah satu cara pembuatan magnesium karbonat ukuran nano adalah melalui proses penghancuran *hydromagnesite* menjadi partikel ukuran nano dengan bantuan gelombang ultrasonik. Proses pembuatan partikel ukuran nano dengan

gelombang ultrasonik telah banyak dilakukan seperti pada proses pembuatan partikel ukuran nano zeolit dengan bantuan ultrasonik diperoleh partikel zeolit dengan ukuran 42 nm^[1]. Kemudian melalui proses ultrasonik dapat dibuat material ukuran nano seperti pembuatan nano TiO₂, Fe(CO)₅, MnO, ZrO₂, SiO₂, dan lain lain^[2].

Pembuatan partikel ukuran nano dengan bantuan gelombang ultrasonik dalam media cair dapat dilakukan karena gelombang ultrasonik mampu menghasilkan efek kavitasi. Fenomena kavitasi yang dihasilkan dari gelombang ultrasonik memberikan intensitas energi yang tinggi ke dalam larutan kimia, menyebabkan *compression* (tekanan tinggi) dan *rarefaction* (tekanan rendah) secara berulang, menghasilkan gelembung mikro (*micro-bubble*) dalam rentang waktu super singkat akan meledak. Ledakan gelembung mikro tersebut diikuti dengan timbulnya tekanan dan panas yang sangat tinggi di daerah sekitar gelembung dan menyebar ke segala arah. Energi panas dapat menghasilkan temperatur 5500 °C dengan kecepatan sampai 400 kilometer per jam dalam skala mikro^[3]. Energi tersebut terbawa oleh ribuan gelembung mikro dalam suspensi yang berisi partikel, jika partikel dengan gelembung mikro bertumbukan maka partikel akan pecah sehingga ukuran partikel menjadi kecil^[3].

Konsep nanoteknologi pertama kali diperkenalkan oleh Norio Taniguchi pada tahun 1974^[5]. Karena memiliki ukuran partikel yang sangat kecil dalam skala nanometer maka para ahli bersepakat bahwa yang disebut material nano adalah material dengan ukuran dimensi 1 nm sampai dengan ukuran 100 nm. Material ukuran nano penting untuk dipelajari karena memiliki sifat yang khas yang ditimbulkan oleh luasnya fraksi interfasa atau permukaan yang besar^[6].

Hydromagnesite merupakan salah satu bentuk mineral dasar dari magnesium karbonat sintesis, hasil dari proses ekstraksi mineral dolomit dengan jalur hidrasi-karbonisasi. *Hydromagnesite* merupakan senyawa kompleks $x.MgCO_3 \cdot y Mg(OH)_2 \cdot z H_2O$. Senyawa *hydromagnesite* ini mempunyai sifat netral namun dengan adanya sedikit asam atau gas CO_2 dapat larut dalam air^[4].

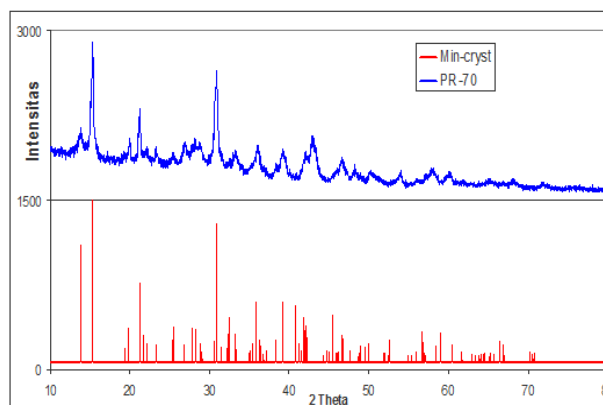
PROSEDUR PERCOBAAN

Pada penelitian ini bahan baku yang digunakan adalah *hydromagnesite* hasil dari proses ekstraksi dolomit yang berasal dari daerah Lamongan, Jawa Timur. Secara garis besar *hydromagnesite* pada percobaan ini memiliki kadar MgO yang cukup tinggi sedangkan kadar CaO dan senyawa oksida yang lain cukup rendah. Hal ini dapat dilihat pada Tabel 1 sebagai berikut :

Tabel 1. Hasil analisis XRF bahan baku

No	Senyawa	Kadar (% berat)
1	MgO	41,80
2	CaO	0,22
3	SiO2	0,25
4	Al2O3	0,17
5	Fe2O3	0,20
6	LOI	57,16

Berdasarkan analisis XRD bahan baku yang digunakan adalah *hydromagnesite* dengan rumus kimia adalah sebagai berikut: $(4.MgCO_3.Mg(OH)_2.4 H_2O)$.



Gambar 1. Hasil analisis XRD dibandingkan dengan standar myncrist

Uraian Percobaan

Pada penelitian ini dilakukan serangkaian kegiatan percobaan meliputi kegiatan :

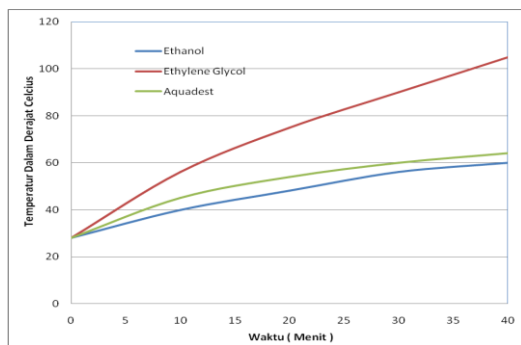
1. Karakteristik bahan baku berupa serbuk *hydromagnesite* meliputi karakterisasi ukuran partikel, komposisi kimia

- dengan XRF, analisa XRD dan analisis SEM
2. Percobaan pendahuluan dengan cara melarutkan 2% padatan dalam 400 ml media. Pada percobaan ini dilakukan dengan tiga media pelarut : *aquabidest*, *ethanol absolute* dan *ethylene glycol*. Setelah dibuat suspensi lalu diberikan gelombang ultrasonik selama 40 menit dan diukur temperaturnya setiap 5 menit sekali.
 3. Percobaan pengenaan gelombang pada kondisi optimum setelah melihat percobaan pendahuluan.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Percobaan Pendahuluan

Telah dilakukan kegiatan percobaan pendahuluan penggunaan gelombang ultrasonik pada suspensi konsentrasi 2% berat selama 40 menit. Percobaan dilakukan terhadap tiga pelarut yaitu *aquabidest*, *ethanol absolute* dan *ethylene glycol*. Hasil percobaan dapat disajikan pada Gambar 2.



Gambar 2. Grafik hubungan antara temperatur media dengan waktu ultrasonik pada tiga media

Dari hasil Gambar 2, terlihat adanya kecenderungan yaitu :

- Pada media *ethanol absolute* dan *aquabidest* terlihat bahwa pada awal proses sampai 16 menit terjadi kenaikan temperatur yang cukup tinggi, kemudian setelah melalui 16 menit terjadi kecenderungan kenaikan temperatur yang sedikit dan cenderung

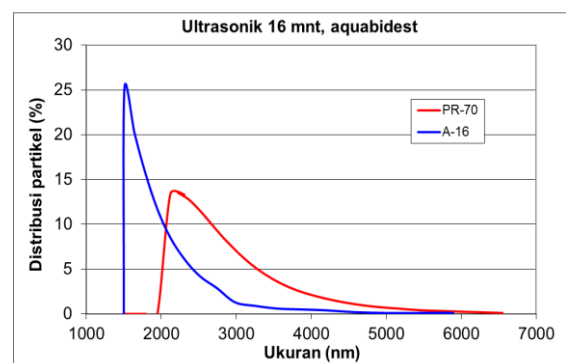
konstan. Hal ini menunjukkan bahwa waktu di atas 16 menit ada kecenderungan proses benturan antara partikel dengan gelembung mikro berkurang. Ada kecenderungan bahwa perlambatan kenaikan temperatur bukan karena adanya energi penguapan.

- Pada media *Ethylene glycol* terlihat bahwa pertambahan temperatur ini berjalan tetap sampai waktu proses 40 menit dihasilkan temperatur 105 °C. Hal ini menunjukkan bahwa proses penghancuran partikel akibat tumbukan antara gelembung mikro dengan partikel tidak mengalami penurunan.

Percobaan Ultrasonik 16 menit

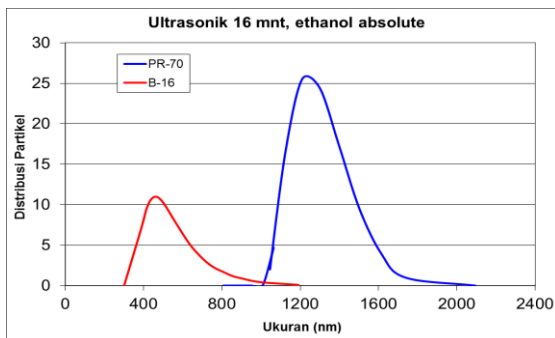
Setelah mengetahui kecenderungan percobaan pendahuluan, dapat diketahui waktu efektif proses ultrasonik antara 15 sampai 20 menit. Oleh karena itu dilakukan percobaan ultrasonik dengan waktu 16 menit dengan menggunakan tiga pelarut yaitu *aquabidest*, *ethanol absolute* dan *ethylene glycol*.

Hasil penelitian dengan menggunakan media *aquabidest* dan *ethanol absolute* belum diperoleh partikel ukuran nano, yaitu ukuran partikel di bawah 100 nm. Adapun hasil percobaan dengan menggunakan media *aquabidest* dan *ethanol absolute* ditunjukkan pada Gambar 3.



Gambar 3. Grafik distribusi partikel hasil pengukuran dengan Delsa Nano pada media *aquabidest*, dimana kurva merah (PR-70) adalah sebelum diproses ultrasonik dan kurva biru (A – 16) setelah proses ultrasonik

Dari hasil percobaan pada Gambar 3 terlihat bahwa dengan media *aquabidest* mampu memperkecil ukuran partikel yaitu ukuran partikel berubah dari ukuran (2049 -6549) nm (kurva merah PR-70) menjadi ukuran (1508 – 5984) nm (kurva biru A-16). Ukuran partikel tersebut masih cukup besar yaitu dalam rentang 1000 nm atau 1 mikron. Oleh karena itu proses ultrasonik dengan menggunakan media *aquabidest* belum mampu menciptakan partikel ukuran nano.



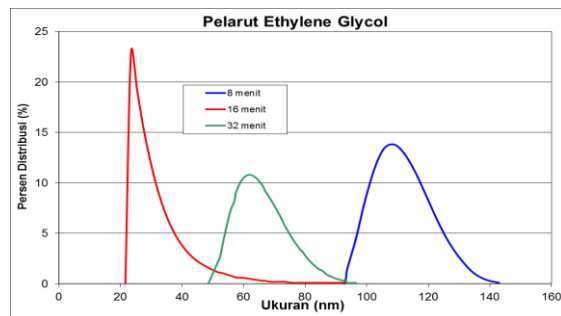
Gambar 4. Grafik distribusi partikel hasil pengukuran dengan Delsa Nano pada media *ethanol absolute*, dimana kurva merah (PR-70) adalah sebelum diproses ultrasonik dan kurva biru setelah proses ultrasonik (B-16)

Hasil percobaan pada Gambar 4 dengan menggunakan media *ethanol absolute* menunjukkan hasil yang lebih baik dibandingkan dengan menggunakan media *aquabidest*. Pada percobaan dengan menggunakan *ethanol absolute* ukuran butiran berkurang menjadi (390 – 1190) nm pada (PR -70) dibandingkan sebelum dilakukan proses ultrasonik yang memiliki ukuran (1124- 1615) nm.

Optimasi Waktu Ultrasonik

Percobaan ultrasonik berikutnya adalah menggunakan media *ethylene glycol* pada Gambar 5, dari hasil percobaan diperoleh ukuran partikel di bawah 100 nm. Oleh karena itu dilakukan pula optimasi proses dengan waktu ultrasonik 8 menit dan 32 menit. Dari hasil percobaan terlihat bahwa dengan penambahan waktu menjadi 32 menit ukuran partikel justru bertambah

besar menjadi (52-96) nm dari ukuran (23,4–94,7) nm. Hal ini menunjukkan bahwa dalam proses tersebut gelombang ultrasonik sudah tidak mampu berfungsi sebagai *ultrasonic milling* tetapi menjadi sifat *sonochemistry*. Sifat *sonochemistry* dalam gelombang ultrasonik pada umumnya cenderung untuk menyatukan molekul ukuran kecil menjadi molekul ukuran lebih besar seperti reaksi polimerisasi^[7]. Waktu ultrasonik 8 menit ukuran partikel masih (93,3-143) nm, dibanding dengan waktu ultrasonik 16 menit yang mencapai ukuran (23,4–94,7) nm. Hal ini menunjukkan bahwa waktu ultrasonik 8 menit, proses ultrasonik milling masih berlangsung.

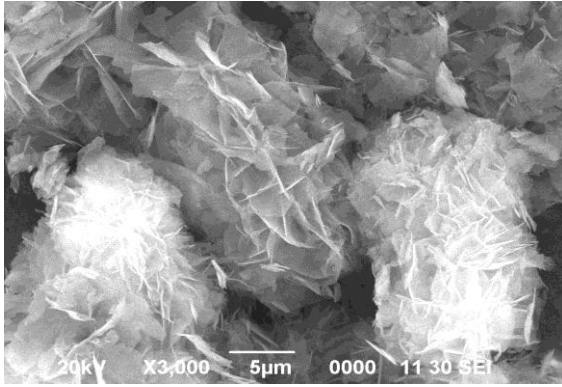


Gambar 5. Grafik distribusi partikel hasil pengukuran dengan Delsa Nano pada media *ethylene glycol*, dimana kurva merah adalah sebelum diproses ultrasonik dan kurva biru setelah proses ultrasonik

Uji SEM

Telah dilakukan pengujian penampakan butiran kristal *hydromagnesite* dengan menggunakan SEM. Hasil percobaan dapat dilihat pada Gambar 6-9.

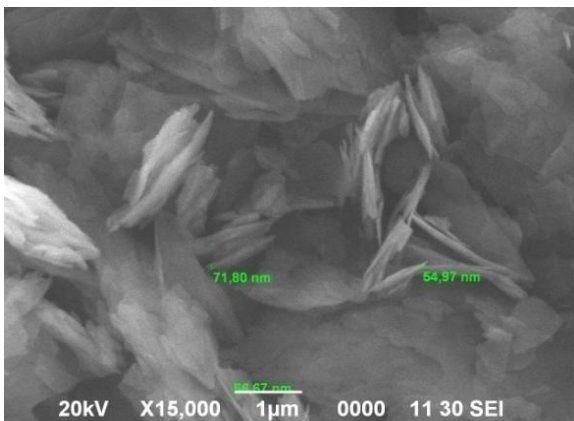
Gambar 6 menunjukkan bahwa kristal yang terlihat berupa *hydromagnesite*. Hal ini sesuai dengan penelitian dari Colin R. Gregson dalam penelitian *Magnox Sludge*^[8].



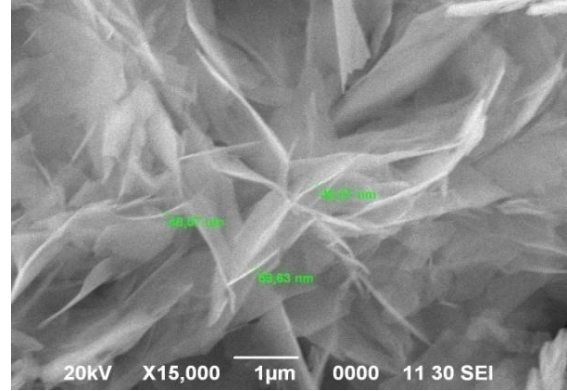
Gambar 6. Foto hasil SEM dari *hydromagnesite*

Pada produk hasil proses ultrasonik dengan media *aquabidest* menunjukkan bahwa gumpalan telah pecah menjadi serpihan (Gambar 7). Serpihan tersebut memiliki ukuran tebal di bawah 100 nm, namun ukuran lebar serpihan tersebut berukuran di atas 1000 nm. Sehingga jika diukur dengan Delsa Nano masih di atas 100 nm. Hal ini sama juga dengan media ethanol absolut seperti pada Gambar 8.

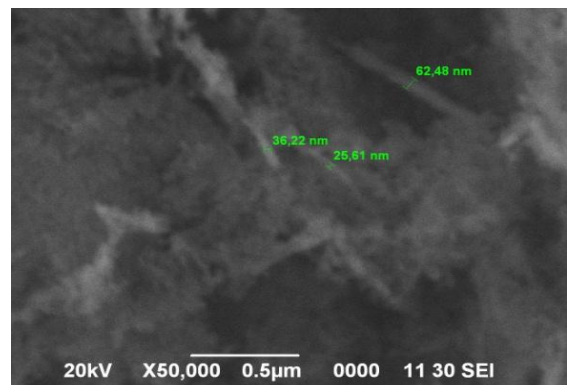
Pada percobaan dengan menggunakan media *ethylene glycol* menunjukkan bahwa gelombang ultrasonik telah mampu mengoyak serpihan menjadi ukuran yang lebih kecil. Berbeda dengan menggunakan media *aquabidest* dan *ethylene glycol* yang hanya mampu membentuk serpihan. Hasil proses dengan media *ethylene glycol* dapat dilihat pada Gambar 9.



Gambar 7. Foto hasil SEM dari hasil proses ultrasonik dengan media *aquabidest*



Gambar 8. Foto hasil SEM dari hasil proses ultrasonik dengan media *ethanol absolut*



Gambar 9. Foto hasil SEM dari hasil proses ultrasonik dengan media *ethylene glycol*

KESIMPULAN

Dari hasil percobaan di atas dapat disimpulkan sebagai berikut :

1. Media dalam proses penghancuran dengan gelombang ultrasonik sangat mempengaruhi pembentukan ukuran butiran. Dimana dengan media *ethylene glycol* dihasilkan partikel ukuran nano. Sementara itu dengan media *aquabidest* hanya mampu menghasilkan partikel dalam satuan ribuan nanometer dan *ethanol absolut* hanya mampu ratusan nanometer.
2. Proses ultrasonik hanya berlangsung dalam kurun waktu tertentu yaitu pada rentang sekitar 15 – 25 menit. Jika waktu pemberian gelombang ultrasonik ditambah, tidak menghasilkan ukuran partikel yang lebih kecil.
3. Dari data SEM dapat disimpulkan bahwa gelombang ultrasonik memecah

partikel, untuk media aquabidest dan ethanol absolut hanya memecah gumpalan serpihan menjadi serpihan. Sedangkan dengan media ethylene glycol mampu lebih dalam lagi memecah serpihan-serpihan yang telah terurai sehingga diperoleh partikel ukuran nano.

SARAN

Produk yang dihasilkan merupakan material nano namun masih dalam bentuk suspensi. Oleh karena itu perlu adanya pengembangan proses pemisahan dengan media sehingga dapat diperoleh material ukuran nano dalam bentuk padatan kering.

UCAPAN TERIMA KASIH

Penulis mengucapkan terima kasih kepada Team Peneliti Kompetitif 2012 yang telah membantu dalam penelitian ini.

DAFTAR PUSTAKA

- [1] Ety Marti Wigayati. 2009. „Pembuatan Nanopartikel $\text{Li}_x\text{Mn}_2\text{O}_4$ ”. *Jurnal Teknologi Indonesia*. :32-2.
- [2] Aharon Gedanken 2004. „Using Sonochemistry For The Fabrication Of Nanomaterials”. *Journal Ultra-sonic Sonochemistry*. :11, 47-55.
- [3] Malcom J. Crocker. 1997. „Encyclopedia of Accoustic, Chapter 25 : Cavitation, Chapter 26 : Sonochemistry and Sonoluminescence “. John Wiley and Sons, Inc, ISBN : 0-471-17767-9, Volume 1.
- [4] Kirk-Othmer. 1983. ” Encyclopedic Of Chemical Technology”. Third Edition, Volume 23, John Wiley and Sons, Inc , ISBN : 0 – 471-02076-1.
- [5] Taniguchi, Norio. 1974. „On the Basic Concept of Nano-Technology “. *Proceedings of the International Conference on Production Engineering*, Tokyo, Part II (Japan Society of Precision Engineering.
- [6] Jeremy J. Ramsden. 2009. „ *Essentials of Nanotechnology*”. ISBN. : 978-87-7681-418-2.
- [7] Hong Yan, Xue-hu Zhang , Li-qiao Wei, Xu-guang Liu , Bing-she Xu. 2009. „Hydrophobic Magnesium Hydroxide Nanoparticle Via Oleic Acid and Poly (Methyl Metacrylate) Grafting Surface Modification”. *Journal Powder Technology*.: 193, 125-129.
- [8] Colin R. Grgson, David T Goddard, Mark J. Sarsfield, Robin J. Taylor. 2011. „Combined Electron Microscopy and Vibrational Spectroscopy Study of Corroded Magnox Sludge from a Legacy Spent Nuclear Fuel Storage Pond”. *Journal of Nuclear Materials*. : 412, 145-156.

RIWAYAT PENULIS

Eko Sulistiyono, dilahirkan di Surakarta 22 Oktober 1968, menempuh program studi S-1 jurusan teknik kimia di Universitas Diponegoro tahun 1993 dan program S-2 Ilmu Bahan/Material Science di Universitas Indonesia tahun 2012. Bekerja di Pusat Penelitian Metalurgi sejak tahun 1995 sebagai peneliti sampai sekarang dalam pengembangan metalurgi ekstraksi.