



**PENGARUH WAKTU DALAM PROSES SINTESIS  
DENGAN *SHAKER MILLING* TERHADAP UKURAN  
PARTIKEL KAOLIN**

**Skripsi**

**diajukan sebagai salah satu persyaratan untuk memperoleh gelar  
Sarjana Pendidikan Program Studi Pendidikan Teknik Mesin**

**Oleh**

**Januar Dwi Nugroho**

**NIM.5201415043**

**PENDIDIKAN TEKNIK MESIN**

**JURUSAN TEKNIK MESIN**

**FAKULTAS TEKNIK**

**UNIVERSITAS NEGERI SEMARANG**

**2020**



**UNNES**

UNIVERSITAS NEGERI SEMARANG



**PENGARUH WAKTU DALAM PROSES SINTESIS  
DENGAN *SHAKER MILLING* TERHADAP UKURAN  
PARTIKEL KAOLIN**

**Skripsi**

**diajukan sebagai salah satu persyaratan untuk memperoleh gelar  
Sarjana Pendidikan Program Studi Pendidikan Teknik Mesin**

**Oleh**

**Januar Dwi Nugroho**

**NIM.5201415043**

**PENDIDIKAN TEKNIK MESIN  
JURUSAN TEKNIK MESIN  
FAKULTAS TEKNIK  
UNIVERSITAS NEGERI SEMARANG  
2020**

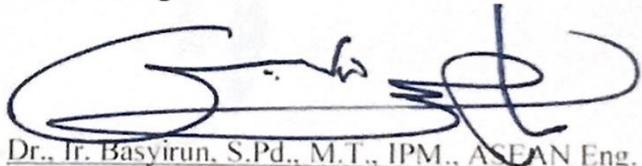
## PERSETUJUAN PEMBIMBING

Nama : Januar Dwi Nugroho  
NIM : 5201415043  
Program Studi : Pendidikan Teknik Mesin  
Judul : Pengaruh Waktu dalam Proses Sintesis dengan *Shaker Milling* Terhadap Ukuran Partikel Kaolin

Skripsi ini telah disetujui oleh pembimbing untuk diajukan ke sidang panitia ujian Skripsi Program Studi Pendidikan Teknik Mesin Fakultas Teknik Universitas Negeri Semarang.

Semarang, 07 September 2020

Pembimbing



Dr., Ir. Basyirun, S.Pd., M.T., IPM., ASEAN Eng.  
NIP. 196809241994031002

## PENGESAHAN

Skripsi dengan judul Pengaruh Waktu dalam Proses Sintesis dengan *Shaker Milling* Terhadap Ukuran Partikel Kaolin telah dipertahankan di depan sidang Panitia Ujian Skripsi Fakultas Teknik UNNES pada 17 September 2020.

Oleh

Nama : Januar Dwi Nugroho  
NIM : 5201415043  
Program Studi : Pendidikan Teknik Mesin

Panitia:

Ketua



Rusiyanto, S.Pd., M.T.  
NIP. 1974032119990310002

Sekretaris



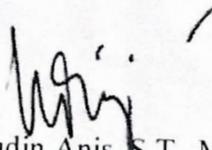
Wahyudi, S.Pd., M.Eng.  
NIP. 198003192005011001

Dosen Penguji 1



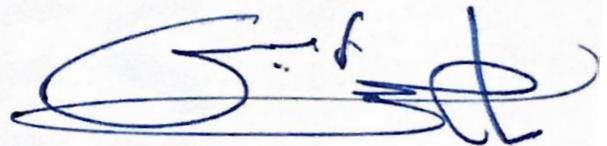
Rusiyanto, S.Pd., M.T.  
NIP. 1974032119990310002

Dosen Penguji 2



Samsudin Anis, S.T., M.T., Ph.D., IPP.  
NIP. 197601012003121002

Pembimbing



Dr., Ir. Basyirun, S.Pd., M.T., IPM  
NIP. 196809241994031002



Mengetahui:  
Dekan Fakultas Teknik UNNES

Dr. Nur Oudus, M.T. IPM  
NIP. 196911301994031001

## PERNYATAAN KEASLIAN

Dengan ini saya menyatakan bahwa :

1. Skripsi ini adalah asli dan belum pernah diajukan untuk mendapatkan gelar akademik (sarjana, magister, dan/atau doctor), baik di Universitas Negeri Semarang (UNNES) maupun di perguruan tinggi lain.
2. Karya tulis ini adalah murni gagasan, rumusan dan penelitian saya sendiri, tanpa bantuan pihak lain, kecuali arahan Pembimbing dan masukan Tim Penguji.
3. Dalam karya tulis ini tidak terdapat karya atau pendapat yang telah ditulis atau dipublikasikan orang lain, kecuali secara tertulis dengan jelas dicantumkan sebagai acuan dalam naskah dengan disebutkan nama pengarang dan dicantumkan dalam daftar pustaka.
4. Pernyataan ini saya buat dengan sesungguhnya dan apabila dikemudian hari terdapat penyimpangan dan ketidakbenaran dalam pernyataan ini, maka saya bersedia menerima sanksi akademik berupa pencabutan gelar yang telah diperoleh karena karya ini, serta sanksi lainnya sesuai dengan norma yang berlaku di perguruan tinggi ini.

Semarang, 07 September 2020  
Yang membuat pernyataan,



Januar Dwi Nugroho  
NIM. 5201415043

### **MOTTO:**

- ❖ Takut gagal bukan alasan untuk tidak mencoba sesuatu (Frederick Smith)
- ❖ Seribu mimpi akan kalah dengan satu kali aksi (Januar Dwi Nugroho)

### **PERSEMBAHAN**

Skripsi ini saya persembahkan kepada:

1. Kedua orang tua, kakak-kakak saya, adik saya dan keluarga besar saya. Terimakasih atas segala do'a, dukungan yang diberikan.
2. Teman-teman pendidikan teknik mesin 2015
3. Almamaterku Universitas Negeri Semarang

## RINGKASAN

**Januar Dwi Nugroho. 2020.** Pengaruh Waktu dalam Proses Sintesis dengan *Shaker Milling* Terhadap Ukuran Partikel Kaolin. Pembimbing: Dr., Ir. Basyirun, S.Pd., M.T., IPP. Pendidikan Teknik Mesin.

Penggunaan *shaker milling* dalam proses sintesis material kaolin mempengaruhi hasil atau ukuran partikelnya. Terdapat beberapa hal yang mempengaruhi hasil dari *shaker milling* tersebut. Salah satu hal yang mempengaruhi hasil sintesis menggunakan *shaker milling* adalah pengaruh waktu yang digunakan. Tujuan penelitian ini adalah untuk mengetahui pengaruh waktu dalam proses sintesis dengan *shaker milling* terhadap ukuran partikel kaolin.

Metode penelitian yang digunakan adalah penelitian eksperimen, yang bertujuan mengetahui sebab dan akibat berdasarkan perlakuan yang diberikan oleh peneliti. Pada penelitian ini, perlakuan yang diberikan oleh peneliti adalah sintesis material kaolin menggunakan alat *shaker milling* dengan pengaruh waktu. Proses *shake milling* menggunakan bola baja 10 mm dan 15 mm. Variasi pengaruh waktu yang digunakan adalah 15 menit, 30 menit, 45 menit, 60 menit, dan 75 menit. Analisis data yang digunakan pada penelitian ini menggunakan statistik deskriptif.

Hasil penelitian yang telah didapatkan setelah melakukan proses pengukuran partikel yang telah disintesis menggunakan pengaruh waktu 15 menit, 30 menit, 45 menit, 60 menit, dan 75 menit secara berturut-turut adalah 3621.48 nm, 1514,04 nm, 1068,52 nm, 402,44 nm, dan 365,20 nm. Jumlah persentase partikel terkecil yang telah disintesis dari setiap pengaruh waktu yang digunakan secara berturut-turut adalah 23,33%, 0,63%, 0,12%, 0,20%, dan 0,13%. Berdasarkan pengukuran diperoleh ukuran partikel terkecil pada pengaruh waktu 75 menit dengan ukuran partikel 365,20 nm, dan ukuran partikel terbesar pada pengaruh waktu 15 menit dengan ukuran partikel 3621.48 nm. Jumlah persentase partikel terkecil yang paling banyak pada pengaruh waktu 15 menit dengan jumlah 23,33%, dan persentase partikel terkecil yang paling sedikit pada pengaruh waktu 45 menit dengan jumlah 0,12%. Penggunaan pengaruh waktu yang disarankan untuk mendapatkan ukuran partikel yang optimum adalah pengaruh waktu 75 menit.

Kata kunci : kaolin, pengaruh waktu, *shaker milling*, ukuran partikel.

## PRAKATA

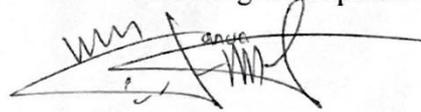
Segala Puji dan Syukur bagi Tuhan Yang Maha Esa, atas Kuasa dan Rahmat-Nya sehingga penulis dapat menyusun proposal skripsi dengan judul “Pengaruh Waktu dalam Proses Sintesis dengan *Shaker Milling* Terhadap Karakteristik Partikel Kaolin” dalam rangka menyelesaikan Studi Strata Satu untuk mencapai gelar Sarjana Pendidikan di Fakultas Teknik Universitas Negeri Semarang. Skripsi ini dapat diselesaikan berkat bimbingan, motivasi dan bantuan semua pihak. Oleh karena itu dengan rendah hati disampaikan ucapan terima kasih kepada semua pihak yang telah membantu dalam penyelesaian skripsi ini, antara lain:

1. Rektor Universitas Negeri Semarang atas kesempatan yang diberikan kepada penulis untuk menempuh studi di Universitas Negeri Semarang.
2. Dekan Fakultas Teknik Universitas Negeri Semarang.
3. Ketua Jurusan Teknik Mesin dan Koordinator Program Studi Pendidikan Teknik Mesin Universitas Negeri Semarang atas fasilitas yang disediakan bagi mahasiswa.
4. Dr. Ir. Basyirun, S.Pd., M.T., IPM. selaku dosen pembimbing yang telah memberikan bimbingan, arahan, motivasi, saran dan masukan kepada penulis dalam penyelesaian skripsi ini.
5. Rusiyanto, S.Pd., M.T. selaku dosen penguji I yang telah memberikan saran dan masukan kepada penulis.
6. Samsudin Anis, S.T., M.T., Ph.D. selaku dosen penguji II yang telah memberikan saran dan masukan kepada penulis.

7. Kedua orang tua yang selalu mendoakan serta memberikan motivasi.
8. Teman-teman yang selalu mendoakan serta memberikan motivasi kepada penulis dalam penyusunan skripsi.

Penulis mengharapkan segala bentuk kritik dan saran yang bersifat membangun demi sempurnanya skripsi ini. Semoga skripsi ini dapat bermanfaat bagi semuanya, khususnya Jurusan Teknik Mesin Universitas Negeri Semarang.

Semarang, 07 September 2020

A handwritten signature in black ink, consisting of several loops and a long horizontal stroke extending to the right.

Penulis

## DAFTAR ISI

	Halaman
<b>SAMPUL/COVER</b> .....	i
<b>LEMBAR BERLOGO</b> .....	ii
<b>HALAMAN JUDUL</b> .....	iii
<b>PERSETUJUAN PEMBIMBING</b> .....	iv
<b>PENGESAHAN</b> .....	v
<b>PERNYATAAN KEASLIAN</b> .....	vi
<b>MOTTO DAN PERSEMBAHAN</b> .....	vii
<b>RINGKASAN</b> .....	viii
<b>PRAKATA</b> .....	ix
<b>DAFTAR ISI</b> .....	xi
<b>DAFTAR GAMBAR</b> .....	xiii
<b>DAFTAR TABEL</b> .....	xv
<b>DAFTAR LAMPIRAN</b> .....	xvi
<b>BAB I. PENDAHULUAN</b> .....	1
1.1 Latar Belakang Masalah .....	1
1.2 Identifikasi Masalah .....	4
1.3 Pembatasan Masalah .....	6
1.4 Rumusan Masalah .....	7
1.5 Tujuan Penelitian .....	7
1.6 Manfaat Penelitian .....	7
<b>BAB II. KAJIAN PUSTAKA DAN LANDASAN TEORI</b> .....	8
2.1 Kajian Pustaka .....	8
2.2 Landasan Teori .....	12
2.2.1 Proses Sintesis Material .....	12
2.2.2 <i>Shaker Milling</i> .....	14
2.2.3 Material Kaolin .....	18
2.2.4 <i>Particle Size Analyzer (PSA)</i> .....	19
2.2.5 <i>Scanning Electron Microscopy (SEM)</i> .....	22
2.3 Kerangka Pikir .....	25
<b>BAB III. METODE PENELITIAN</b> .....	27
3.1 Waktu dan Tempat Pelaksanaan .....	27
3.1.1 Waktu Pelaksanaan .....	27
3.1.2 Tempat Pelaksanaan .....	27

3.2	Desain Penelitian.....	27
3.3	Alat dan Bahan Penelitian.....	28
3.3.1	Alat Penelitian.....	28
3.3.2	Instalasi Alat.....	29
3.3.3	Bahan Penelitian.....	36
3.4	Parameter Penelitian.....	41
3.4.1	Variabel Bebas.....	41
3.4.2	Variabel Terikat.....	42
3.4.3	Variabel Kontrol.....	42
3.5	Teknik Pengumpulan Data.....	42
3.5.1	Diagram Alir.....	43
3.5.2	Proses Penelitian.....	44
3.5.3	Data Penelitian.....	45
3.6	Kalibrasi Instrumen.....	46
3.7	Teknik Analisis Data.....	47
<b>BAB IV.</b>	<b>HASIL PENELITIAN DAN PEMBAHASAN.....</b>	<b>48</b>
4.1	<i>Raw Material</i> .....	48
4.2	Pengaruh Waktu dalam Proses Sintesis dengan <i>Shaker Milling</i> Terhadap Ukuran Partikel Kaolin.....	51
4.2.1	Sintesis Material dengan <i>Particle Size Analyzer (PSA)</i> .....	51
4.2.2	Sintesis Material dengan <i>Scanning Electron Microscopy (SEM)</i> .....	67
<b>BAB V.</b>	<b>PENUTUP.....</b>	<b>69</b>
5.1	Kesimpulan.....	69
5.2	Saran.....	70
	<b>DAFTAR PUSTAKA.....</b>	<b>72</b>
	<b>LAMPIRAN.....</b>	<b>74</b>

## DAFTAR GAMBAR

	Halaman
Gambar 2.1 Pendekatan sintesis nanopartikel <i>top down</i> dan <i>bottom up</i> .....	13
Gambar 2.2 Mesin <i>Shaker Milling</i> .....	14
Gambar 2.3 Skema Prinsip Kerja <i>Shaker Milling</i> .....	15
Gambar 2.4 Skema Gerakan Bola Dan Serbuk Dalam Tabung .....	16
Gambar 2.5 Proses tumbukan antara bubuk dan bola pada saat proses milling.....	16
Gambar 2.6 Kaolin .....	18
Gambar 2.7 Struktur Kaolin .....	19
Gambar 2.8 Alat <i>Particle Size Analyzer (PSA)</i> .....	20
Gambar 2.9 Blok Diagram <i>SEM</i> .....	23
Gambar 2.10 Alur Berpikir .....	26
Gambar 3.1 Sketsa Mesin <i>Shaker Milling</i> .....	29
Gambar 3.2 <i>Assembly Chassis</i> .....	29
Gambar 3.3 <i>Mechanical Components</i> Bagian Bawah.....	31
Gambar 3.4 <i>Mechanical Components</i> Bagian Atas .....	35
Gambar 3.5 <i>Jar</i> atau Tabung.....	36
Gambar 3.6 Distribusi Partikel Sampel Kontrol (Jatmiko, 2019) .....	38
Gambar 3.7 Pengaruh Rasio Jumlah dan Diameter Bola Baja Terhadap Ukuran Partikelnya (Jatmiko, 2019).....	39
Gambar 3.8 Diagram Alir Penelitian.....	43
Gambar 4.1 <i>Particle Size Analyzer (PSA) Horiba Scientific Nano Partica SZ - 100</i> .....	48
Gambar 4.2 <i>Scanning Electron Microscopy (SEM)</i> .....	49
Gambar 4.3 Distribusi Partikel Sampel Kontrol .....	50
Gambar 4.4 Distribusi Partikel Sampel 15 Menit .....	52
Gambar 4.5 Distribusi Partikel Sampel 30 Menit .....	53
Gambar 4.6 Distribusi Partikel Sampel 45 Menit .....	55
Gambar 4.7 Distribusi Partikel Sampel 60 Menit .....	57
Gambar 4.8 Distribusi Partikel Sampel 75 Menit .....	59

Gambar 4.9	Pengaruh Waktu Terhadap Ukuran Partikel.....	61
Gambar 4.10	Pengaruh Waktu Terhadap Persentase Jumlah Partikel Terkecil	65
Gambar 4.11	<i>Scanning</i> Material Kaolin Menggunakan <i>SEM</i> .....	68

## DAFTAR TABEL

	Halaman
Tabel 2.1 Karakteristik Bola Baja.....	17
Tabel 2.2 Metode Pengukuran Menggunakan <i>Particle Size Analyzer (PSA)</i> .	21
Tabel 3.1 Peralatan Penelitian .....	28
Tabel 3.2 Variasi Ukuran <i>Pulley</i> dan <i>Belt</i> .....	31
Tabel 3.3 Distribusi Partikel Sampel Kontrol (Jatmiko, 2019).....	37
Tabel 3.4 Instrumen Hasil Pengukuran Partikel.....	45
Tabel 3.5 Instrumen Persentase Jumlah Partikel.....	45
Tabel 4.1 Distribusi Partikel Sampel Kontrol .....	49
Tabel 4.2 Distribusi Partikel Sampel 15 Menit .....	51
Tabel 4.3 Distribusi Partikel Sampel 30 Menit .....	52
Tabel 4.4 Distribusi Partikel Sampel 45 Menit .....	54
Tabel 4.5 Distribusi Partikel Sampel 60 Menit .....	56
Tabel 4.6 Distribusi Partikel Sampel 75 Menit .....	58
Tabel 4.7 Pengaruh Waktu dalam Proses Sintesis dengan <i>Shaker Milling</i> Terhadap Ukuran Partikel.....	60
Tabel 4.8 Pengaruh Waktu Terhadap Persentase Jumlah Partikel Terkecil....	63

## DAFTAR LAMPIRAN

	Halaman
Lampiran 1 Perbandingan Hasil Semua Sampel yang Telah Disintesis .....	75
Lampiran 2 Hasil Pengukuran Sampel Kontrol .....	76
Lampiran 3 Hasil Pengukuran Sampel 15 Menit .....	77
Lampiran 4 Hasil Pengukuran Sampel 30 Menit .....	78
Lampiran 5 Hasil Pengukuran Sampel 45 Menit .....	79
Lampiran 6 Hasil Pengukuran Sampel 60 Menit .....	80
Lampiran 7 Hasil Pengukuran Sampel 75 Menit .....	81
Lampiran 8 Gambar Instalasi Alat .....	82
Lampiran 9 Dokumentasi Penelitian .....	93
Lampiran 10 Penetapan Dosen Pembimbing .....	96
Lampiran 11 Persetujuan Proposal .....	97
Lampiran 12 Persetujuan Seminar Proposal .....	98
Lampiran 13 Daftar Menghadiri Seminar Proposal .....	99
Lampiran 14 Surat Tugas Dosen Penguji .....	100
Lampiran 15 Berita Acara Seminar Proposal .....	101
Lampiran 16 Pernyataan Selesai Revisi Proposal .....	102
Lampiran 17 Surat Izin Penelitian .....	103
Lampiran 18 Surat Izin Penelitian .....	104
Lampiran 19 Surat Izin Penelitian .....	105

# **BAB I**

## **PENDAHULUAN**

### **1.1 Latar Belakang**

Seiring dengan perkembangan zaman dan teknologi pada saat ini, banyak industri yang berkembang di Indonesia. Serta tuntutan untuk mewujudkan pembangunan berwawasan lingkungan, maka pengolahan kaolin secara efisien dan efektif menjadi salah satu alasan yang sangat penting. Secara umum penggunaan kaolin di Indonesia masih terbatas yaitu sebagai media pembuatan bahan bangunan, pembakaran bata merah, pembuatan genteng.

Berkaitan dengan bidang keteknikan, pemanfaatan kaolin masih sangat kurang. Oleh karena itu, dalam penelitian ini akan digunakan sebagai bahan pembuatan kowi atau cawan lebur. Dalam industri pengecoran logam yang bergerak di bidang teknik mesin. Cawan lebur adalah tempat berbentuk menyerupai pot atau mangkuk, digunakan untuk peleburan bahan bukan logam. Benda tersebut berbentuk krus atau diameter bawah lebih kecil dibandingkan dengan diameter bagian atas, maka sering disebut krusibel. Pembuatan cawan lebur tersebut berasal dari bahan yang berbeda-beda.

Kaolin memiliki sifat-sifat mekanik yang bagus yaitu memiliki massa jenis 2,6 g/ml, nilai kekerasan berkisar antara 2-2,5 mohs, dan memiliki titik lebur yang sangat tinggi. Partikel kaolin biasanya berupa lembaran heksagonal dengan diameter sekitar 0,05-10  $\mu\text{m}$  (Sunardi, 2011). Kaolin merupakan massa batuan yang tersusun dari material lempung dengan kandungan besi yang rendah, dan umumnya berwarna putih dan agak keputihan. Kaolin mempunyai komposisi hidrous

aluminium silikat ( $2\text{H}_2\text{O}\cdot\text{AlO}_3\cdot 2\text{SiO}_2$ ), dengan disertai mineral penyerta. Kaolin dapat digunakan dalam pembuatan keramik, bahan obat, pelapis kertas, cat bangunan, sebagai adiktif pada makanan dan pada pasta gigi (Siagian, 2012).

Ukuran partikel sangat berpengaruh terhadap sifat mekanis yang dimiliki oleh kowi. Ukuran partikel yang lebih kecil menginduksi struktur simetri dan akibatnya akan secara signifikan mempengaruhi keseluruhan sifat dan kinerja (Hubadillah, 2016). Untuk lebih jelasnya, ukuran partikel kaolin yang masih cukup besar menyebabkan kecilnya bidang kontak antara partikel satu dengan partikel lainnya sehingga ikatan antar partikel juga lemah. Partikel yang besar juga menghasilkan sela-sela antara partikel yang besar juga. Sebaliknya, kecilnya ukuran partikel akan memperbesar bidang kontak antar partikel sehingga ikatan antar partikel menjadi lebih kuat. Sela-sela antar partikel juga menjadi lebih kecil. Sehingga sifat mekanik kowi pun akan berubah menjadi lebih tahan panas dan awet.

Ada dua metode yang dapat digunakan untuk mensintesis partikel material yaitu secara *top down* (fisika) dan *bottom up* (kimia). Metode *top down* dapat dilakukan dengan Teknik *Mechanical Alloying-Powder Metallurgy* dan *Mechanical Milling-Powder Metallurgy*. Mekanisme *Mechanical Alloying*, material dihancurkan hingga menjadi bubuk dan dilanjutkan dengan penghalusan butiran partikelnya sampai berukuran nanometer. Contoh dari *Mechanical Alloying* adalah penggunaan alat *high energy milling* atau *shaker milling* untuk memperkecil ukuran partikel. Sedangkan untuk metode *bottom up*, sintesis nanomaterial dilakukan dengan mereaksikan berbagai larutan kimia dengan langkah-langkah

tertentu sehingga terjadi suatu proses larutan yang homogen dan memiliki ukuran partikel yang kecil.

Dalam penelitian ini, metode yang digunakan untuk memperkecil partikel adalah metode *top down* dengan menggunakan alat *shaker milling*. Terdapat beberapa masalah dari proses *shaker milling* ini. Beberapa masalah yang terjadi dari *shaker milling* ini diantaranya adalah suara yang bising, kapasitas tabung yang kecil, temperatur tabung yang cukup tinggi ketika proses *milling*, dan ukuran partikel material tidak mengecil apabila prosesnya tidak tepat. Suara bising yang terjadi ketika proses *milling* dikarenakan mesin yang bergoyang dengan kencang dan tumbukan dari bola-bola baja yang berada di dalam tabung mesin juga mengakibatkan suara yang cukup bising. Kapasitas tabung yang kecil sehingga bahan yang dapat dimasukkan ke dalam tabung juga sedikit. Jadi proses *shaker milling* tidak dapat digunakan untuk produksi massal. Temperatur tabung yang cukup tinggi diakibatkan oleh tumbukan antar bola-bola baja yang berada di dalam tabung. Naiknya temperatur juga disebabkan oleh gesekan antar komponen mesin karena mesin yang bergerak dengan kecepatan yang tinggi. Sedangkan, ukuran partikel yang tidak mengecil terjadi apabila prosesnya tidak tepat. Karena terdapat beberapa faktor yang mempengaruhi ukuran partikel material dalam proses *shaker milling*. Salah satu yang menjadi faktornya adalah waktu yang digunakan. Sehingga penulis ingin meneliti variasi perubahan waktu proses *shaker milling* untuk memperkecil ukuran partikel kaolin.

Pada umumnya peleburan logam, khususnya logam *non ferro* yang tidak mengandung unsur besi (*Fe*) seperti aluminium, tembaga, dan timah hitam

menggunakan cawan pelebur yang membutuhkan panas yang tidak begitu tinggi. Cawan lebur atau kowi tersebut biasanya terbuat dari bahan *grafit* dan tanah liat, ada juga yang menggunakan bata tahan api. Sehingga banyak industri pengecoran logam *non ferro* yang menggunakannya.

Biasanya kowi tersebut tahan sampai dengan 160 kali pemakaian, untuk dapat digunakan kembali harus diperbaiki dengan menggunakan pasir *lining* dengan cara mengoleskan pada permukaannya. Kowi tersebut dapat melebur aluminium dengan waktu kurang lebih 2 jam, tetapi tergantung jumlah aluminium yang dilebur. Penggunaan kowi secara berkelanjutan dan dengan pengoperasiannya yang berkaitan dengan perubahan suhu, maka dalam penelitian ini kowi dari bahan kaolin akan di proses melalui *shaker milling* dengan variasi waktu yang berbeda. Teknik *sintering* yaitu suatu reaksi yang terjadi pada proses pembakaran dengan suhu yang terkontrol dan densifikasi padatan serbuk dapat diperoleh sekaligus sehingga tingkat porositas berkurang dan densitas relatif, kekerasan serta kekuatan tarik (*mechanical strength*) bertambah.

## **1.2 Identifikasi Masalah**

Berdasarkan latar belakang di atas, muncul identifikasi masalah faktor-faktor yang menyebabkan untuk mendapatkan struktur kaolin yang lebih halus pada penelitian ini adalah sebagai berikut : Perbandingan kaolin dengan alkohol, jumlah dan ukuran bola baja, temperature, kecepatan *shaker milling* dan waktu proses *shaker milling*,

Perbandingan kaolin dengan alkohol juga sangat berpengaruh terhadap ukuran partikel. Semakin banyak alkohol maka semakin lama proses *shaker milling*

dalam menghaluskan serbuk kaolin, karena terdapat banyak cairan dan kadar air yang banyak sehingga kaolin membutuhkan waktu lama untuk dikeringkan, namun apabila tidak menggunakan alkohol maka kaolin akan menggumpal dan membutuhkan waktu yang lama untuk menghasilkan partikel yang kecil.

Jumlah dan ukuran bola baja di dalam tabung *shaker milling* untuk memperkecil partikel juga sangat berpengaruh. Semakin besar ukuran bola baja maka semakin kecil ukuran partikel. Besarnya ukuran bola baja mengakibatkan energi tumbukan yang akan terjadi di dalam tabung juga semakin besar, energi tumbukan yang besar membuat partikel bahan menjadi semakin cepat tergerus..

Temperatur mesin juga mempengaruhi hasil *milling*. Temperatur mesin pada motor tinggi mengakibatkan temperatur tabung/*jar* bagian dalam juga tinggi. Temperatur yang tinggi mempunyai pengaruh yang kurang bagus terhadap ukuran partikel material. Peningkatan suhu akan mengakibatkan *cold welding* atau penggumpalan material sehingga ukuran partikel bertambah. Ketika suhu rendah, material yang berada di dalam tabung tidak akan menggumpal.

Kecepatan kocokan *shaker milling* juga sangat berpengaruh terhadap ukuran partikel kaolin yang akan diteliti. Semakin cepat *shaker milling* semakin cepat menggerakkan bola-bola baja yang ada di dalam tabung *shaker milling*, sehingga kaolin dapat dengan cepat tergerus menjadi lebih kecil.

Waktu dalam proses *shaker milling* sangat berpengaruh terhadap ukuran partikel kaolin yang akan diteliti, Semakin lama durasi *milling*, maka akan semakin kecil partikel yang direduksi. Semakin lama tumbukan antar bola-bola baja, semakin lama pula kontak antara material dengan bola baja yang menggerus

material. Material yang tergerus oleh bola baja akan menjadi semakin kecil. maka dari itu penulis akan meneliti ukuran partikel kaolin dengan cara memberi variasi waktu pada proses *shaker milling*.

### **1.3 Pembatasan Masalah**

Berdasarkan latar belakang di atas, banyaknya faktor-faktor yang menyebabkan untuk mendapatkan ukuran kaolin yang lebih halus, maka penelitian ini dibatasi dari sisi pengaruh waktu terhadap proses *shaker milling* dengan ketentuan sebagai berikut :

1.3.1 Waktu yang digunakan dalam proses sintesis kaolin adalah 15 menit, 30 menit, 45 menit, 60 menit dan 75 menit.

1.3.2 Volume alkohol yang digunakan 15 ml.

1.3.3 Berat kaolin yang disintesis adalah 5 gr.

1.3.4 Pengukuran seluruh partikel yang sudah disintesis menggunakan *Particle Size Analyzer (PSA)*.

1.3.5 Pengukuran partikel terkecil menggunakan *Scanning Electron Microscopy (SEM)*.

1.3.6 Ukuran bola yang digunakan adalah 10 mm dan 15 mm.

1.3.7 Jumlah total penggunaan bola baja adalah 10 bola.

1.3.8 Perbandingan bola baja ukuran 10 mm dengan 15 mm yang digunakan dalam penelitian ini adalah 9:1.

#### **1.4 Rumusan Masalah**

Berdasarkan latar belakang di atas, rumusan masalah penelitian ini adalah seberapa besar pengaruh waktu dalam proses sintesis dengan *shaker milling* terhadap ukuran partikel kaolin menggunakan alat uji *Particle Size Analyzer (PSA)*?

#### **1.5 Tujuan Penelitian**

Berdasarkan latar belakang dan permasalahan yang akan diteliti di atas, tujuan khusus dari penelitian ini adalah mengetahui besarnya pengaruh waktu dalam proses sintesis dengan *shaker milling* terhadap ukuran partikel kaolin.

#### **1.6 Manfaat Penelitian**

Sebagai peran nyata dalam pengembangan bidang material, maka penulis berharap dapat mengambil manfaat dari penelitian ini diantaranya yaitu :

- 1.6.1 Setelah mengetahui hasil besarnya pengaruh waktu dalam proses sintesis dengan *shaker milling* terhadap ukuran partikel kaolin diharapkan dapat dijadikan rekomendasi untuk perusahaan yang menggunakan cawan kowi atau krusibel pada peleburan aluminium.
- 1.6.2 Data hasil penelitian ini dapat dijadikan referensi awal ataupun data pembandingan untuk pengembangan penelitian berikutnya. Memberikan sumbangsih dan untuk memperkaya khasanah ilmu pengetahuan dan teknologi.
- 1.6.3 Setelah mengetahui adanya pengaruh waktu dalam proses sintesis dengan *shaker milling* terhadap ukuran partikel kaolin, diharapkan penelitian ini dapat dijadikan sebagai acuan pembuatan kowi peleburan dengan ketahanan panas yang tinggi dan masa pemakaian yang lama.

## BAB II

### KAJIAN PUSTAKA DAN LANDASAN TEORI

#### 2.1 Kajian Pustaka

Setelah penulis membaca berbagai literatur, terdapat beberapa penelitian mengenai sintesis material terhadap pengaruh waktu. Beberapa literatur tersebut akan dijadikan acuan untuk mendukung penelitian yang akan dilakukan.

Penelitian-penelitian yang dijadikan acuan antara lain :

Gunawan, dkk. (2011) melakukan penelitian yang berjudul “Efek Waktu *Milling* Terhadap Karakterisasi Partikel Kapur Alam Dengan Menggunakan *X-RAY DIFFRACTION*”. Penelitian ini menggunakan variasi waktu *milling* 3 jam, 6 jam, 9 jam, 12 jam, dan 15 jam. Dalam penelitian ini bahan kapur alam yang digunakan merupakan gabungan dari dua senyawa, yaitu :  $CaCO_3$  dan  $Ca(OH)_2$ . Hasil penelitian pada waktu *milling* 3 jam ukuran partikel  $Ca(OH)_2$  sebesar 1125 nm dan  $CaCO_3$  sebesar 9000 nm. Pada waktu *milling* 6 jam ukuran partikel mengecil, partikel  $Ca(OH)_2$  menjadi 1000 nm dan  $CaCO_3$  menjadi 4500 nm. Pada waktu *milling* 9 jam ukuran partikel  $Ca(OH)_2$  mengecil menjadi 562,5 nm dan  $CaCO_3$  menjadi 1800 nm. Pada waktu *milling* 12 jam ukuran  $Ca(OH)_2$  tetap sama dengan 9 jam, akan tetapi  $CaCO_3$  mengecil menjadi 1500 nm. Pada waktu *milling* 15 jam ukuran partikel  $Ca(OH)_2$  membesar dari sebelumnya yaitu menjadi 692,3 nm. Sedangkan ukuran partikel  $CaCO_3$  sama besarnya dengan waktu 12 jam. Pada waktu *milling* 18 jam ukuran partikel menjadi lebih kecil dari waktu-waktu sebelumnya, partikel  $Ca(OH)_2$  menjadi 473,7 nm dan  $CaCO_3$  menjadi 600 nm.

Kesamaan penelitian ini adalah dalam hal pengukuran butir/partikel. Sedangkan perbedaannya adalah bahan yang digunakan. Jika pada penelitian sebelumnya bahan yang digunakan adalah Partikel Kapur Alam. Sedangkan penelitian yang akan digunakan peneliti adalah material kaolin.

Marlinda, dkk. (2018) melakukan penelitian yang berjudul “Pengaruh Waktu Milling Terhadap Karakteristik  $MgH_2$  Katalis  $SiO_2$  dari Abu Sekam Padi dan  $Ni$ ”. Dalam penelitian ini digunakan material penyimpan hidrogen berbasis  $MgH_2+5\text{ wt\% Ni}+15\text{ wt\% SiO}_2$  berasal dari abu sekam padi, dimilling dengan variasi 2 jam, 5 jam, 7 jam, dan 10 jam. Menggunakan metode *Mechanical Alloying*, rasio bola dengan serbuk 10:1 dan kecepatan 250 rpm. Hasil pengukuran dengan *X-Ray Diffractometer* (XRD) menunjukkan material  $MgH_2+5\text{ wt\% Ni}+15\text{ wt\% SiO}_2$  berhasil direduksi hingga skala nanokristal. Fasa yang muncul dari hasil observasi XRD adalah fasa  $MgH_2$  sebagai fasa utama, fasa  $SiO_2$  dan  $Ni$  sebagai fasa minor. Berdasarkan hasil analisa data XRD, ukuran butir pada waktu *milling* 0 jam ukuran Kristal 12.526 nm, pada waktu *milling* 2 jam ukuran Kristal 12.477 nm, pada waktu *milling* 5 jam ukuran Kristal 10.791 nm. Pada waktu *milling* 7 jam 11,6199 nm. Hasil pengujian *Differential Scanning Calorimeter* (DSC) menunjukkan bahwa temperatur desorpsi pada stempel yang dimilling 2 jam yakni 374,41 °C, pada waktu *milling* 5 jam yakni 363,95 °C, pada waktu *milling* 7 jam yakni 370,14 °C, pada waktu *milling* 10 jam yakni 369,14 °C. Berdasarkan pengujian *Analysis* (TGA) didapat *Weight loss* sebesar 14,7% dalam waktu 3,51 menit. Sehingga dapat dinyatakan bahwa waktu *milling* dapat menurunkan temperatur desorpsi campuran. Kesamaan penelitian ini adalah dalam hal pengukuran butir/partikel dan pengaruh

waktu serta alat yang digunakan. Sedangkan perbedaannya adalah bahan yang digunakan. Jika pada penelitian sebelumnya bahan yang digunakan adalah  $MgH_2$  Katalis  $SiO_2$  dari Abu Sekam Padi dan  $Ni$ . Sedangkan penelitian yang akan digunakan peneliti adalah material kaolin.

Mulyawan, dkk. (2017) melakukan penelitian yang berjudul “ Pengaruh Waktu *Milling* Terhadap Mikrostruktur dan Sifat Magnetik Komposit  $NiFe_2O_4 - NdFeO_3$ ”. Pada penelitian ini berhasil dilakukan pembuatan material penyerap gelombang elektromagnetik komposit fasa  $NiFe_2O_4 - NdFeO_3$  dengan menggunakan  $Fe_2O_3$ ,  $NiO$ ,  $Nd_2O_3$  melalui reaksi padatan. Material komposit dilakukan *milling* dengan variasi waktu 10, 15, 20, dan 25 jam dan selanjutnya disinter pada suhu  $1200\text{ }^{\circ}C$  selama 3 jam. Pada waktu *milling* 10 jam ukuran Kristal fasa  $NiFe_2O_4$  sebesar 59,580 nm, dan fasa  $NdFeO_3$  sebesar 62,830 nm. Pada waktu *milling* 15 jam ukuran Kristal fasa  $NiFe_2O_4$  sebesar 68,99 nm, dan fasa  $NdFeO_3$  sebesar 68,65 nm. Pada waktu *milling* 20 jam ukuran Kristal fasa  $NiFe_2O_4$  sebesar 61,84 nm, dan fasa  $NdFeO_3$  sebesar 65,49 nm. Pada waktu *milling* 25 jam ukuran Kristal fasa  $NiFe_2O_4$  sebesar 62,52 nm, dan fasa  $NdFeO_3$  sebesar 65,81 nm. Pada penelitian ini dihasilkan waktu terbaik proses *milling* selama 15 jam merujuk pada parameter sifat magnetik dan analisa struktur Kristal, sehingga dapat dijadikan kandidat yang tepat untuk dikembangkan sebagai bahan *RAM (Radar Absorber Materials)*. Kesamaan penelitian ini adalah dalam hal pengukuran butir/partikel dan pengaruh waktu serta alat yang digunakan. Sedangkan perbedaannya adalah bahan yang digunakan. Jika pada penelitian sebelumnya bahan

yang digunakan adalah Komposit  $NiFe_2O_4 - NdFeO_3$ . Sedangkan penelitian yang akan digunakan peneliti adalah material kaolin.

Sarimai, dkk. (2016) melakukan penelitian yang berjudul " Pengaruh Waktu *Milling* Terhadap Dan Ukuran Butir *Forsterite* ( $Mg_2SiO_4$ ) Mineral Serpentin Dari Kabupaten Solok Selatan". Penelitian ini melakukan variasi waktu selama 5 jam, 10 jam, 20 jam, dan 40 jam. Ukuran butir awal *forsterite* adalah  $>500$  nm. Hasil dari penelitian ini adalah waktu *milling* berpengaruh terhadap ukuran butir *forsterite* mineral serpentin dari Kabupaten Solok Selatan, semakin lama waktu *milling* maka ukuran butir *forsterite* semakin kecil. Pada waktu *milling* selama 5 jam ukuran butir rata-rata sebesar 579 nm. Setelah *milling* dengan waktu 10 jam diameter ukuran butir rata-rata mengecil menjadi 551 nm. Setelah 20 jam waktu *milling* ukuran butir rata-rata sebesar 478 nm. Pada waktu *milling* selama 40 jam, ukuran diameter butir rata-rata sebesar 385 nm. Kesamaan penelitian ini adalah dalam hal pengaruh waktu dan ukuran partikel/butir. Sedangkan perbedaannya adalah bahan yang digunakan. Jika pada penelitian sebelumnya bahan yang digunakan adalah *Forsterite* ( $Mg_2SiO_4$ ). Sedangkan penelitian yang akan digunakan peneliti adalah material kaolin

Zahara, dkk. (2016) melakukan penelitian yang berjudul "Pengaruh Waktu *Milling* Terhadap Ukuran Butir *Quartz* dari Nagari Saruaso Kabupaten Tanah Datar". Penelitian ini memvariasikan waktu 6 jam, 12 jam, 24 jam, dan 30 jam. Hasil penelitian ini menyebabkan perubahan pada ukuran butir namun tidak berpengaruh pada morfologi permukaannya. Dimana pada waktu 6 jam, 12 jam, dan 24 jam bentuk morfologinya bulat tetapi ukuran butirnya belum merata dan

homogen. Sedangkan waktu milling 30 jam, bentuk morfologinya homogen merata seluruh permukaan terlihat mengecil masing-masing ukuran butir. Ukuran butir setelah proses *milling* pada waktu 6 jam adalah sebesar 464 nm, pada waktu 12 jam sebesar 380 nm, pada waktu 24 jam sebesar 345 nm, dan pada waktu 30 jam adalah sebesar 293 nm. Kesamaan penelitian ini adalah dalam hal pengukuran butir/partikel dan mesin yang digunakan. Sedangkan perbedaannya adalah bahan yang digunakan. Jika pada penelitian sebelumnya bahan yang digunakan adalah Butir *Quartz*. Sedangkan penelitian yang akan digunakan peneliti adalah material kaolin.

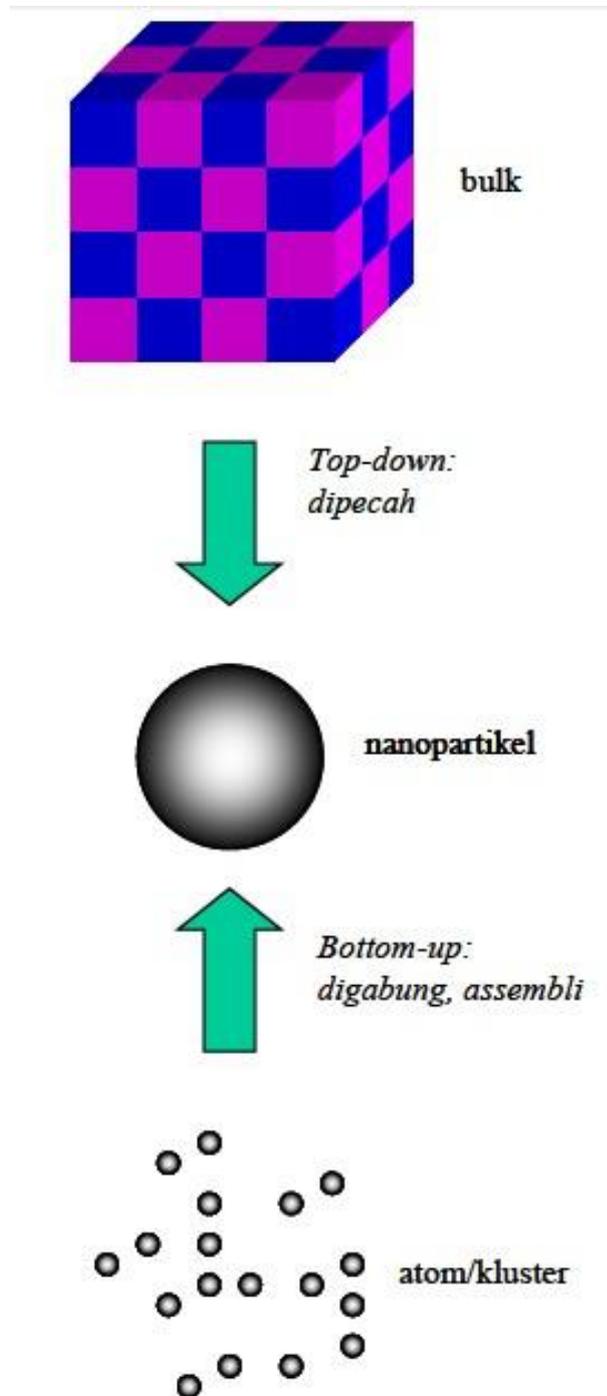
## **2.2 Landasan Teori**

### **2.2.1 Proses Sintesis Material**

Sintesis material adalah proses pengolahan material secara fisika dengan tujuan untuk menjadikan partikel material tersebut lebih kecil dari sebelumnya. Atau, sintesis material juga bisa disebut dengan sintesis nanopartikel karena yang diubah adalah ukuran partikelnya.

Menurut Greiner (2009) dalam Zulkarnain dan Rahwanto (2017) ada dua metode yang dapat digunakan dalam sintesis nano partikel/material, yaitu secara *top down* dan *bottom-up*. *Top down* merupakan pembuatan struktur nano dengan memperkecil material yang besar, sedangkan *bottom-up* merupakan cara merangkai atom atau molekul dan menggabungkan melalui reaksi kimia untuk membentuk nano struktur. Contoh metode *top down* adalah penggerusan dengan alat *milling*, sedangkan teknologi *bottom up* yaitu menggunakan teknik *sol-gel*,

presipitasi kimia, dan aglomerasi fasa gas. Sintesis nanopartikel dengan metode *top down* dan *bottom up* dapat dilihat pada Gambar 2.1



Gambar 2.1 Pendekatan sintesis nanopartikel *top down* dan *bottom up* (Zahara, 2008)

### 2.2.2 *Shaker milling*

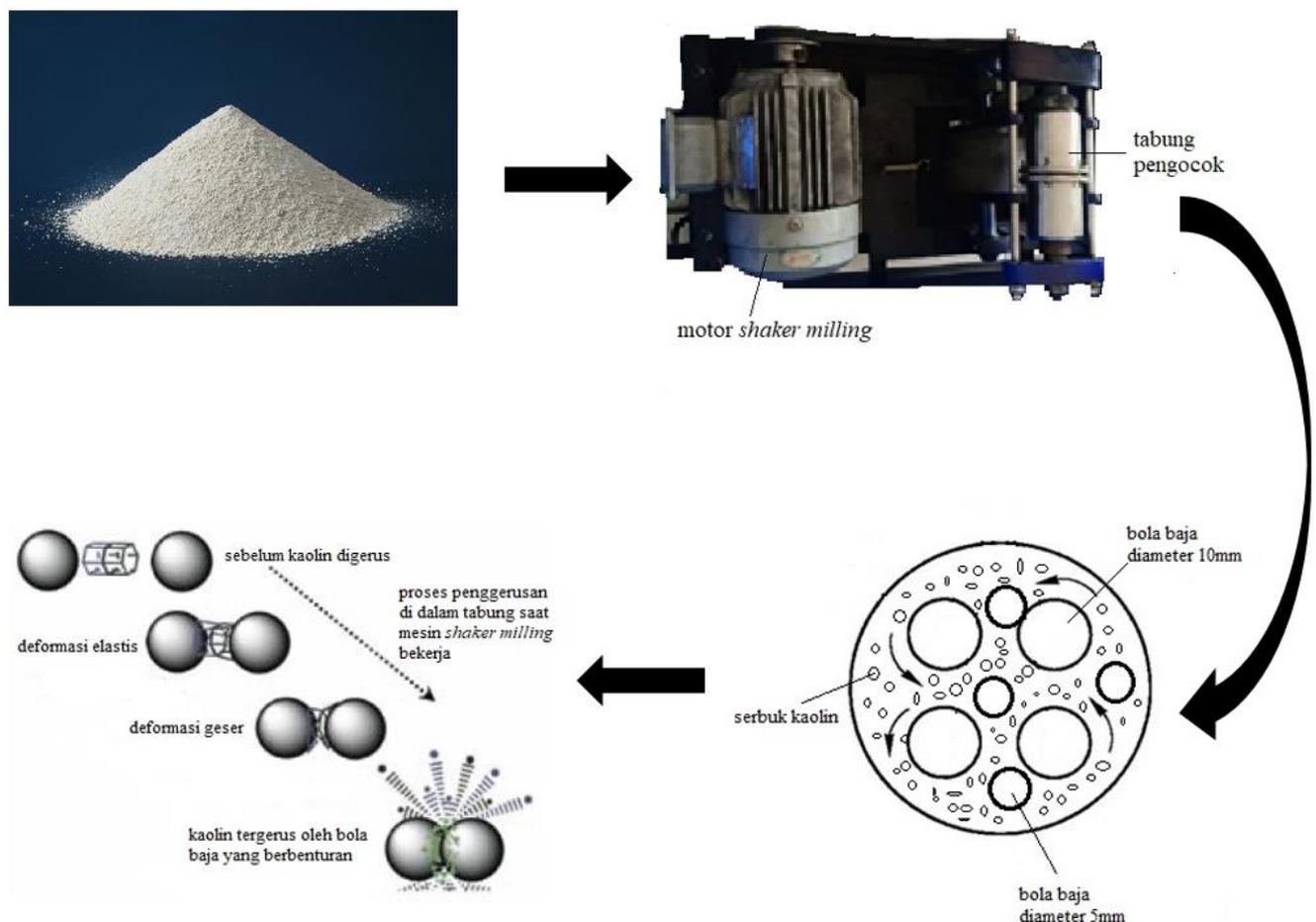
*Shaker milling* adalah salah satu metode yang digunakan untuk melakukan sintesis nanopartikel material. *Milling* atau penggilingan adalah suatu proses mekanik untuk menghancurkan suatu bahan dengan alat yang bekerja berputar sehingga ukuran butiran akan semakin kecil. *Milling* merupakan proses mekanik untuk menghancurkan suatu bahan menjadi partikel yang lebih kecil dengan suatu alat yang berputar. (Gunawan, 2011). Metode *shaker milling* termasuk ke dalam *Mechanical Milling* dimana di dalam *Mechanical Milling* terdapat dua jenis metode *milling* yaitu metode *shaker milling* dan metode *Planetary Ball Milling*. Perbedaan antara kedua metode tersebut adalah di bagian gerakan mesin .



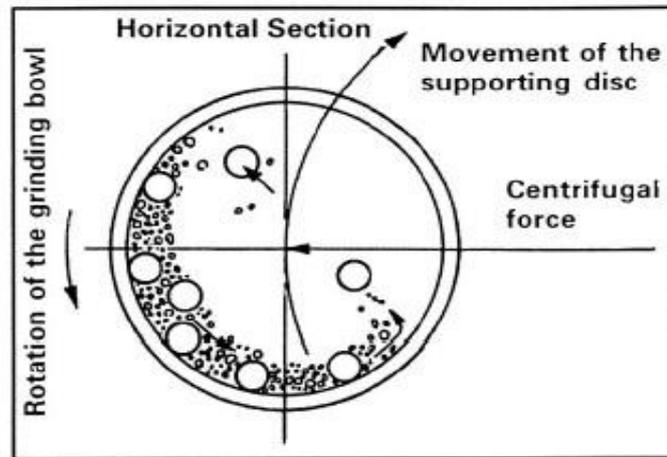
Gambar 2.2 Mesin *Shaker Milling*

Pada *shaker milling* mesin bergerak secara acak dan gerakan dari tabung berada pada sumbu x, y, dan z. Metode ini lebih efisien karena gerakannya yang lebih banyak sehingga bola baja yang berada di dalam tabung akan saling bertumbukan dan energi dari tumbukan tersebut akan membuat partikel material menjadi lebih kecil dan waktu yang dibutuhkan juga tidak terlalu lama. Sedangkan

*planetary ball mill* tabung mesin hanya bergerak di satu sumbu yaitu sumbu x. Sehingga gerakan bola baja di dalam tabung juga tidak banyak, hanya mengikuti gravitasi. Waktu yang digunakan untuk *planetary ball mill* cenderung lebih lama dibandingkan dengan *shaker milling*. Metode *shaker milling* juga dikenal dengan *high energy milling (HEM)*. *Ball milling* telah digunakan oleh industri sejak dahulu untuk melakukan pengurangan ukuran suatu bahan. Sekarang ini bahan dengan struktur mikro dan sifat-sifat baru dapat diperoleh dengan menggunakan proses *high energy ball milling* (Gunawan, 2011). Menggunakan alat ini akan semakin mempermudah untuk menjadikan silika dalam bentuk nanopartikel.

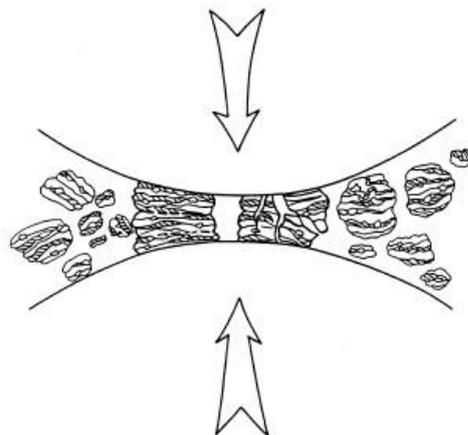


Gambar 2.3 Skema Prinsip Kerja *Shaker Milling*



Gambar 2.4 Skema Gerakan Bola Dan Serbuk Dalam Tabung (Suryanarayana, 2001)

Prinsip kerja mesin *shaker milling* terhadap struktur ukuran partikel kaolin pertama kali adalah memasukkan material kaolin yang sudah di campur dengan alkohol ke dalam tabung pengocok beserta bola baja yang sudah disiapkan. Saat tabung sudah terpasang dalam *shaker milling* dengan kencang kemudian mesin dinyalakan. Tabung pengocok otomatis bergerak secara berulang dan cepat pada sumbu x,y, dan z. Gerakan tabung membuat bola baja serta kaolin berputar dan saling berbenturan menyebabkan kaolin jadi tergerus sehingga struktur partikelnya semakin kecil.



Gambar 2.5 Proses tumbukan antara bubuk dan bola pada saat proses *milling* (Simanjuntak, 2012)

Ada beberapa faktor yang mempengaruhi hasil dari *shaker milling*, yaitu :

### 2.2.2.1 Waktu Putaran

Semakin lama putaran yang dilakukan maka semakin kecil partikel/butir yang dihasilkan.

### 2.2.2.2 Kecepatan Putaran (*rpm*)

Semakin cepat putarannya, energi bola semakin tinggi, daya hancurnya semakin besar, serbuk yang dihasilkan menjadi lebih halus. Namun demikian, bila kecepatan putaran dinaikkan terus, suatu saat ukuran partikel tidak akan bertambah kecil lagi. Energi yang diberikan akan menyebabkan serbuk meleleh dan mereka akan bergabung kembali membentuk partikel yang lebih besar. Kecepatan putaran maksimum ini disebut kecepatan kritis.

### 2.2.2.3 Bola Baja

Ada beberapa hal yang perlu diperhatikan dalam memilih bola baja, yaitu :

Tabel 2.1 Karakteristik Bola Baja (Jatmiko, 2019)

No	Karakteristik Bola Baja	Penjelasan
1	Ukuran Bola Baja	Semakin besar ukuran, energy tumbukan yang akan terjadi juga semakin besar. Sehingga ukuran partikel juga akan semakin kecil.
2	Massa Jenis Bola Baja	Densitas bola harus lebih besar daripada serbuk agar bolanya tidak mengapung di atas permukaan serbuk
3	Kekerasan Bola Baja	Bolanya harus cukup keras, sehingga tidak akan pecah selama proses <i>shaker milling</i> . Pecahan bola dapat mengotori serbuk yang digerus
4	Jenis Bahan Bola Baja	Bola tidak boleh bereaksi dengan serbuk yang digiling. Selain itu bahan-bahan yang mudah terbakar cenderung untuk meledak dalam bentuk serbuknya
5	Rasio Antara Massa Bola dan Massa Zar yang Digerus	Semakin besar rasio, durasi yang dibutuhkan untuk <i>milling</i> semakin sedikit karena intensitas tumbukan akan semakin meningkat

### 2.2.3 Material Kaolin



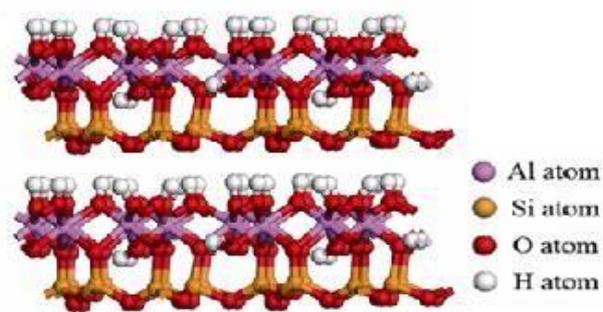
Gambar 2.6 Kaolin

Menurut Murray (2004) dalam Nugraha dan Kulsum (2017) kaolin merupakan suatu mineral lempung berwarna putih yang memiliki komposisi terbesar berupa kaolinit ( $Al_2O_3 \cdot 2SiO_2 \cdot 2H_2O$ ). komposisi kaolin berupa 46.54%  $SiO_2$ , 39.50%  $Al_2O_3$ , dan 13.96%  $H_2O$ . Partikel kaolin biasanya berupa lembaran heksagonal dengan diameter sekitar 0,05-10  $\mu m$  (rata-rata 0,5  $\mu m$ ). Mineral kaolin dapat terjadi melalui proses pelapukan dan proses hidrotermal alterasi pada batuan beku felspartik dan mika. Kaolin biasanya berada sebagai mineral yang berhubungan misalnya : halosit, nakrit, dan dikrit yang bergabung dengan mineral lain seperti smektit, mika, kuarsa, dan feldspar sebagai pengotor.

Menurut Konta (1995) dalam Nugraha dan Kulsum (2017) struktur Kristal kaolin terdiri dari pasangan lapisan lembaran silica tetrahedral dan lembaran alumina octahedral. Masing-masing pasangan dari lembaran tersebut bergabung melalui atom oksigen secara selang-seling menjadi satu kesatuan melalui ikatan hidrogen antara oksigen dari silica dan oksigen hidroksil dari alumina dengan ketebalan tiap lapisan sekitar 0,72 nm. Ikatan hidrogen tersebut cukup kuat

sehingga kaolin sehingga kaolin tidak mengembang ketika terhidrat dan kaolin hanya mempunyai luas permukaan luar. Kaolin merupakan salah satu mineral lempung dengan nilai Kapasitas Tukar Kation (KTK) yang relatif rendah (3-15 meq/100g) serta permukaan luas spesifik yang relative kecil, yaitu tidak lebih dari  $20 \text{ m}^2/\text{g}$ .

Kaolin banyak digunakan untuk berbagai macam aplikasi dalam industri berdasarkan sifat fisika dan kimianya. Pemanfaatan kaolin sebagian besar untuk industri kertas, refraktori dan keramik, semen, karet dan plastik, dan lain-lain. Selain itu kaolin banyak dimanfaatkan dalam bidang obat-obatan, kosmetik, penjernih anggur, material pembawa (*carrier*) untuk insektisida, pestisida, fungisida, bahan pengisi krayon, pensil, adsorben minyak, pupuk, dan juga katalis (Murray, 1986).



Gambar 2.7 Struktur Kaolin (Sunardi, 2011)

#### 2.2.4 Particle Size Analyzer (PSA)

Ada beberapa metode yang digunakan untuk mengetahui ukuran dari suatu partikel antara lain metode ayakan (*Sieve analyses*), *laser diffraction (LAS)*, metode sedimentasi, analisa gambar (mikrografi), *electronical sensing zone*, dan *electron microscope*.

*Sieve analysis* (analisis ayakan) dalam dunia farmasi sangat sering digunakan dalam bidang mikromeritik, yaitu ilmu yang mempelajari tentang ilmu dan teknologi partikel kecil. Metode yang paling umum digunakan adalah analisa gambar (mikrografi). Metode ini meliputi metode mikroskopi dan metode holografi. Alat yang sering digunakan biasanya *SEM*, *TEM* dan *AFM*. Namun dengan perkembangan ilmu pengetahuan yang mengarah ke era nanoteknologi, para peneliti mulai menggunakan metode *laser diffraction (LAS)*. Metode ini dinilai lebih akurat bila dibandingkan dengan metode analisa gambar maupun metode ayakan (*sieve analysis*), terutama untuk sampel-sampel dalam orde nanometer maupun submikron. Metode ini menjadi prinsip dasar dalam instrumen *Particle Size Analyzer (PSA)*.



Gambar 2.8 Alat *Particle Size Analyzer (PSA)*

Menurut Lusi (2011) dalam Dwistika (2018) prinsip dari *Laser Diffraction* sendiri ialah ketika partikel-partikel melewati berkas sinar laser dan cahaya dihamburkan oleh partikel-partikel tersebut dikumpulkan melebihi rentang sudut

yang berhadapan langsung. Distribusi dari intensitas yang dihamburkan ini yang akan dianalisis oleh komputer sebagai hasil distribusi ukuran partikel. Contoh alat yang menggunakan metode *LAS* adalah *Particle Size Analyzer (PSA)*. *Particle Size Analyzer* adalah alat yang dua buah metode dalam pengukuran menggunakan *Particle Size Analyzer (PSA)* antara lain metode basah dan kering:

Tabel 2.2 *Particle Size Analyzer (PSA)*

No.	Metode	Penjelasan
1.	Basah	metode ini menggunakan media pendispersi untuk mendispersikan material uji
2.	Kering	Metode kering, merupakan metode yang memanfaatkan udara atau aliran udara yang berfungsi untuk melarutkan partikel dan membawanya ke <i>sensing zone</i> . Metode ini baik digunakan untuk ukuran yang kasar, dimana hubungan antar partikel lemah dan kemungkinan untuk beraglomerasi kecil

Menurut Wada (2006) dalam Jatmiko (2019) pengukuran partikel dengan menggunakan *PSA* biasanya menggunakan metode basah. Metode ini dinilai lebih akurat jika dibandingkan dengan metode kering ataupun pengukuran partikel dengan metode ayakan dan analisa gambar. Terutama untuk sampel-sampel dalam orde nanometer yang cenderung memiliki aglomerasi yang tinggi. Hal ini dikarenakan partikel didispersikan ke dalam media sehingga partikel tidak saling aglomerasi sehingga ukuran partikel yang terukur adalah ukuran dari *single particle*. Hasil pengukuran juga ditampilkan dalam bentuk distribusi, sehingga hasil pengukuran dapat diasumsikan sudah menggambarkan keseluruhan kondisi sampel. Distribusi ukuran partikel dihitung dari hasil pengukuran. Difraksi sinar laser sebagai analisis ukuran partikel meliputi perangkat laser untuk menghasilkan sinar

laser ultraviolet sebagai sumber cahaya dan melekatkan atau melepaskan fluorescent untuk mengetahui permukaan *photodiode array* yang menghitung distribusi intensitas cahaya spasial dan penyebaran cahaya selama terjadinya pengukuran.

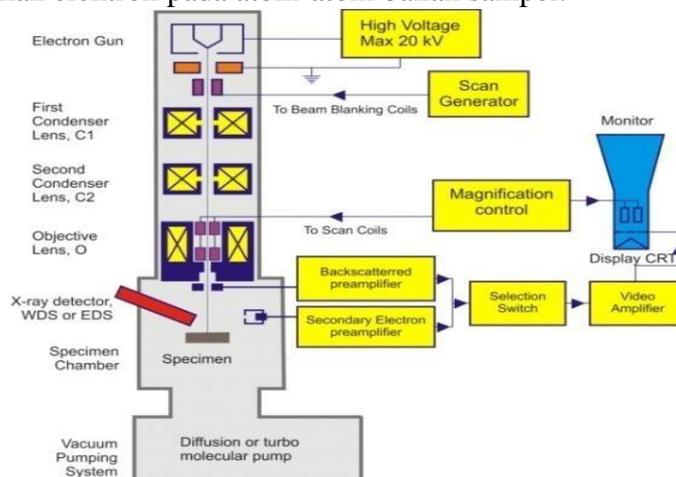
*Particle Size Analyzer (PSA)* dapat menganalisis partikel suatu sampel yang bertujuan menentukan ukuran partikel dan distribusinya dari sampel yang representatif. Distribusi ukuran partikel dapat diketahui melalui gambar yang dihasilkan. Ukuran tersebut dinyatakan dalam jari-jari untuk partikel yang berbentuk bola. Menurut Etzler (1997) dalam Jatmiko (2019) penentuan ukuran dan distribusi partikel menggunakan *PSA* dapat dilakukan dengan: difraksi sinar laser untuk partikel dari ukuran submikron sampai dengan milimeter, *coulter principle* untuk mengukur dan menghitung partikel yang berukuran mikron sampai milimeter, dan penghamburan sinar untuk mengukur partikel yang berukuran mikron sampai dengan nanometer.

Melalui analisis *Particle Size Analyzer (PSA)* diharapkan distribusi ukuran nanopartikel kaolin yang dihasilkan berada pada rentang nanometer dengan keseragaman ukuran yang baik.

### **2.2.5 Scanning Electron Microscopy (SEM)**

*Scanning Electron Microscope (SEM)* adalah suatu alat yang digunakan untuk mengetahui morfologi atau struktur mikro permukaan dari suatu bahan/material. Analisa struktur mikro dilakukan terutama untuk melihat ukuran dan bentuk partikel yang dihasilkan. Instrument mikroskop electron atau *Scanning Electron Microscopy (SEM)* biasa digunakan untuk bubuk yang relatif kasar,

sedangkan untuk yang lebih halus (skala nanometer) digunakan *Transmission Electron Microscopy (TEM)*. Metode *SEM* merupakan pemeriksaan dan analisa permukaan atau lapisan yang tebalnya sekitar  $20\mu\text{m}$  dari permukaan. Hasilnya berupa topografi dengan segala tonjolan dan bentuk permukaan. Gambar topografi diperoleh dari penangkapan pengolahan elektron sekunder yang dipancarkan dari spesimen. Prinsip kerja *SEM* adalah pemindaian berkas elektron yang seperti “menyapu” permukaan spesimen, titik demi titik dengan membentuk sapuan garis demi garis, mirip seperti gerakan mata membaca. Sinyal elektron sekunder yang dihasilkan adalah dari titik pada permukaan, yang selanjutnya ditangkap oleh detektor untuk ditampilkan pada layar *CRT* (TV). Sinyal lain adalah back scattered electron yang intensifnya bergantung pada nomor atom unsur yang ada pada permukaan spesimen. Gambar yang didapatkan menyatakan perbedaan unsur kimia. Dengan warna terang menunjukkan adanya unsur kimia yang lebih tinggi nomor atomnya. Instrumen *SEM* juga dilengkapi dengan analisa *EDX (Energy Dispersive X Ray Analyzer)* dimana sinar *X* karakteristik yang diemisikan adalah akibat tumbukan elektron pada atom-atom bahan sampel.



Gambar 2.9 Blok Diagram *SEM* (Sujatno, 2015)

Komponen utama alat *SEM* ini pertama adalah tiga pasang lensa elektromagnetik yang berfungsi memfokuskan berkas elektron menjadi sebuah titik kecil, lalu oleh dua pasang *scan coil* *discan*-kan dengan frekuensi variabel pada permukaan sampel. Semakin kecil berkas difokuskan semakin besar resolusi lateral yang dicapai. Yang kedua adalah sumber elektron, biasanya berupa filamen dari bahan kawat *tungsten* atau berupa jarum dari paduan *Lantanum Hexaboride LaB6* atau *Cerium Hexaboride CeB6*, yang dapat menyediakan berkas elektron yang teoretis memiliki energi tunggal (*monokromatik*), Ketiga adalah *imaging detector*, yang berfungsi mengubah sinyal elektron menjadi gambar/*image*. Sesuai dengan jenis elektronnya, terdapat dua jenis detektor dalam *SEM* ini, yaitu detektor *SE* dan detektor *BSE*.

Ketika berkas elektron *discan* pada permukaan sampel, terjadi interaksi elektron dengan atom-atom di permukaan maupun di bawah permukaan sampel. akibat interaksi tersebut sebagian besar berkas elektron berhasil keluar kembali, elektron-elektron tersebut disebut bahan kemudian memindahkan sebagian besar energi pada elektron atom sehingga terpental ke luar permukaan bahan, yaitu *Secondary Electrons (SE)*. Pembentukan elektron-elektron sekunder selalu diikuti proses munculnya *X-ray* yang karakteristik untuk setiap elemen, sehingga dapat digunakan untuk mengukur kandungan elemen yang ada di dalam bahan yang diteliti (Sujatno, 2015).

Proses pembentukan *BSE* terjadi pada atom-atom di bagian permukaan sampel yang lebih dalam. Ini disebabkan tumbukan antara elektron dari sumber dengan inti atom. Karena massa proton yang membentuk inti hingga 2000

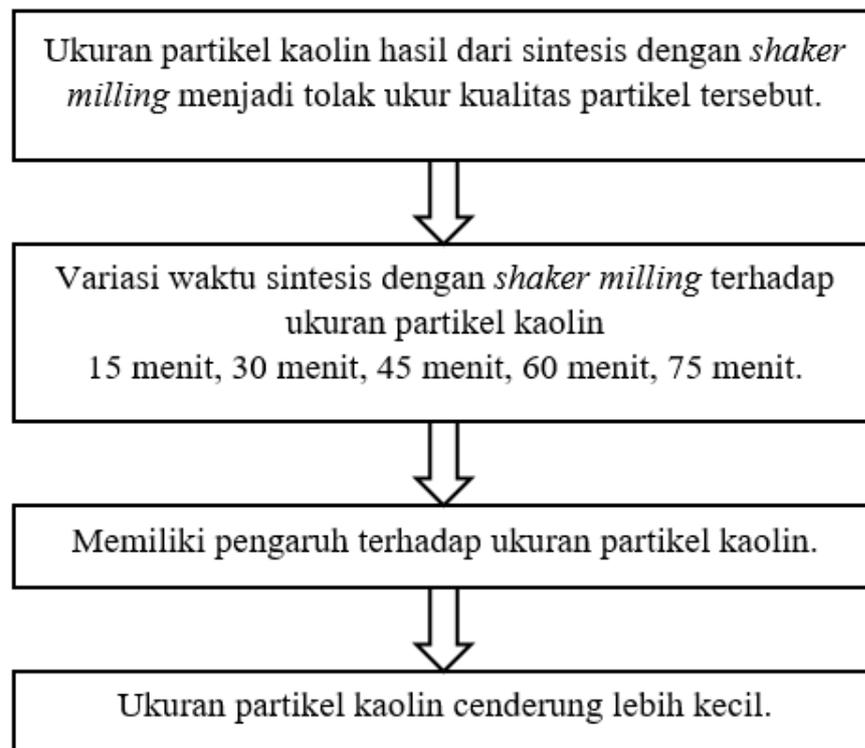
kali lebih besar dari elektron, maka setiap tumbukan akan menyebabkan terpentalnya sebagian besar elektron ke arah  $180^{\circ}$ . Artinya, sebagian akan dipantulkan kembali ke arah di mana mereka datang yaitu ke luar permukaan bahan. Elektron-elektron *BSE* ini membawa informasi tentang atom-atom yang ditumbuknya beserta ikatannya dalam fasa. Sehingga kontras pada *image* yang terbentuk dari elektron-elektron *BSE* dalam batas-batas tertentu dapat dipandang sebagai kontras fasa (Sujatno, 2015).

Menurut Agus dkk, komposisi unsur dalam sampel paduan adalah 96,9 %Zr, 2,5 %Nb, 0,5 %Mo dan 0,1 %Ge. Pengujian *SEM* dilakukan dengan *JEOL JSM-6510LA* yang dilengkapi dengan perangkat *Energy Dispersive X-Ray Spectroscopy (EDS)* untuk analisis komposisi kimia. Metode *Secondary Electron (SE)* dan *Backscattered Electron (BSE)* dengan opsi *Low-Vacuum* dilakukan untuk mendapatkan kontras yang optimal. Hasil analisa menunjukkan bahwa pada kedua sampel telah tumbuh lapisan oksida berupa *ZrO<sub>2</sub>* dengan ketebalan maksimal 2.4 mm dan 3.5 mm untuk masing-masing temperatur  $500^{\circ}\text{C}$  dan  $700^{\circ}\text{C}$ . Gambar *BSE* telah menunjukkan batas lapisan dengan jelas, tidak memberikan ruang untuk interpretasi ganda (Sujatno, 2015).

### **2.3 Kerangka Pikir**

Kerangka pikir merupakan arahan untuk mendapatkan jawaban sementara atas permasalahan yang diteliti. Berdasarkan kajian pustaka dan kajian teori yang ada dalam kaitannya dengan eksperimental berjudul “Pengaruh Waktu dalam Proses Sintesis dengan *Shaker Milling* Terhadap Struktur Ukuran Partikel Kaolin” terdapat beberapa variabel yaitu variasi pengaruh waktu dalam proses sintesis

material kaolin sebagai variabel bebas (*independen*) dan ukuran partikel kaolin yang telah tersintesis sebagai variabel terikat (*dependen*). Penelitian ini sangat efektif dilakukan guna dapat dijadikan rekomendasi untuk perusahaan cawan kowi atau krusibel pada peleburan alumunium.



Gambar 2.10 Alur Berpikir

## **BAB V**

### **PENUTUP**

#### **5.1 Kesimpulan**

Berdasarkan hasil penelitian yang dilakukan pada pengaruh waktu dalam proses sintesis dengan *shaker milling* terhadap ukuran partikel kaolin, maka dapat disimpulkan bahwa :

5.1.1 Variasi waktu dalam proses sintesis material dengan *shaker milling* memberikan pengaruh terhadap ukuran partikelnya. Pengaruh waktu dalam proses sintesis dengan *shaker milling* terhadap ukuran partikel kaolin adalah sebesar 82,27%. Penggunaan bola baja dalam pengaruh waktu 15 menit, 30 menit, 45 menit, 60 menit, dan 75 menit pada proses *shaker milling* mengalami penurunan ukuran partikel yang signifikan. Berdasarkan ukuran partikel yang didapatkan, semakin lama pengaruh waktu yang diberikan terhadap proses sintesis material dengan *shaker milling*, maka semakin kecil ukuran partikel yang dihasilkan. Sedangkan semakin cepat waktu yang diberikan terhadap proses sintesis material, maka semakin besar ukuran partikel kaolin yang dihasilkan. Pada penelitian ini, pengaruh waktu yang dihasilkan ukuran partikel terkecil adalah 75 menit.

5.1.2 Variasi waktu dalam proses sintesis material kaolin dengan *shaker milling* memberikan pengaruh terhadap persentase jumlah partikel terkecilnya. Pengaruh waktu dalam proses sintesis dengan *shaker milling* terhadap jumlah

partikel kaolin terkecilnya adalah sebesar 51,53%. Pengaruh waktu 15 menit, 30 menit, 45 menit, 60 menit, dan 75 menit pada proses *shaker milling* mengalami kenaikan dan penurunan persentase jumlah partikel. Berdasarkan persentase jumlah partikel yang didapatkan, semakin lama proses *shaker milling* tidak terlalu mempengaruhi besar persentase jumlah partikel terkecilnya. Pada penelitian ini, pengaruh waktu yang menghasilkan jumlah partikel terkecil dengan jumlah terbanyak tetap pada waktu 15 menit.

## 5.2 Saran

- 5.2.1 Berdasarkan kesimpulan pada point pertama, proses sintesis kaolin menggunakan *shaker milling* untuk mendapatkan ukuran partikel yang kecil maka dapat menggunakan waktu 75 menit.
- 5.2.2 Berdasarkan kesimpulan point ke dua, proses sintesis kaolin menggunakan *shaker milling* untuk mendapatkan persentase jumlah partikel terkecil yang tinggi tidak harus menggunakan pengaruh waktu paling lama, karena persentase jumlah partikel kaolin tergantung dari sampel yang akan diuji.
- 5.2.3 Karena pada penelitian ini belum sempurna, maka pada penelitian selanjutnya disarankan untuk menjaga mesin *shaker milling* tetap dingin supaya mesin dapat bekerja lebih optimal.
- 5.2.4 Untuk melihat hasil ukuran partikel yang akurat disarankan menggunakan alat uji *Particle Size Analyzer (PSA)* daripada menggunakan *Scanning*

*Microscopy Electron (SEM)* karena alat uji *SEM* hanya menampilkan gambar *scanning* saja dan kurang penjelasan mengenai ukurannya.

- 5.2.5 Karena dalam penelitian ini belum sempurna, maka pada penelitian selanjutnya disarankan untuk ditambah dengan pengujian *EDX (Energy Dispersive X-ray)* karena memungkinkan dilakukannya mikroanalisis secara kualitatif dan semi kuantitatif untuk unsur mulai dari litium (Li) sampai Uranium (U).
- 5.2.6 Rekomendasi untuk penelitian selanjutnya dapat menggunakan judul “Pengaruh Waktu dalam Proses Sintesis dengan Shaker Milling Terhadap Karakteristik Struktur Partikel Kaolin”.

## DAFTAR PUSTAKA

- Dwistika, R. 2018. Karakteristik Nanopartikel Perak Hasil Produksi Dengan Teknik Elektrolisis Berdasarkan Uji Spektrofotometer *UV-VIS* dan *Particle Size Analyzer (PSA)*. *Skripsi*. Program Studi Fisika Universitas Negeri Yogyakarta. Yogyakarta.
- Gunawan, I., dkk. 2011. Efek Waktu *Milling* Terhadap Karakterisasi Partikel Kapur Alam Dengan Menggunakan *X-Ray Diffraction*. *Jurnal Kimia Kemasan*, Vol. 33 No. 1.
- Hubadillah, S. K., Harun, Z., Othman, Mohd H. D., Ismail, A. F., dan Gani, P. 2016. 'Effect of kaolin particle size and loading on the characteristics of kaolin ceramic support prepared via phase inversion technique', *Journal of Asian Ceramic Societies*. Taibah University, 4(2), pp. 164–177. doi: 10.1016/j.jascer.2016.02.002.
- Jatmiko, W. A., 2019. Pengaruh Rasio Jumlah dan Diameter Bola Baja Dalam Proses sintesis Material dengan *Shaker Milling* Terhadap Ukuran Partikel Kaolin. *Skripsi*. Program Sarjana Pendidikan Teknik Mesin Universitas Negeri Semarang. Semarang.
- Marlinda, dkk. 2018. Pengaruh Waktu *Milling* Terhadap Karakteristik  $MgH_2$  Katalis  $SiO_2$  dari Abu Sekam Padi dan *Ni*. *J. Aceh Phys. Soc.*, Vol. 7 No. 2.
- Mulyawan A., dkk. 2017. Pengaruh Waktu *Milling* Terhadap Mikrostruktur dan Sifat Magnetik Komposit  $NiFe_2O_4 - NdFeO_3$ . *Metalurgi*, Vol. 3, 105-114.
- Murray H. H., 1986, Clays. In: Ullman's encyclopedia of industrial chemistry. 5<sup>th</sup> Edition. 109-136
- Nugraha, I., Umi Kulsum. 2017. Sintesis dan Karakterisasi Material Komposit Kaolin-ZVI(*Zero Valent Iron*) serta Uji Aplikasinya sebagai Adsorben Kation *Cr(VI)*. *Jurnal Kimia VALENSI*, Vol. 3, 59-70.
- Sarimai, dkk. 2016. Pengaruh Waktu *Milling* Terhadap Dan Ukuran Butir *Forsterite* ( $Mg_2SiO_4$ ) Mineral Serpentin Dari Kabupaten Solok Selatan. *Pillar Of Physics*, Vol. 8, 65-72.

- Siagian, H. dan M. Hutabalian. 2012. Studi Pembuatan Keramik Berpori Berbasis Clay dan Kaolin Alam dengan Bahan aditif Abu Sekam Padi. *Jurnal Sainika* 12(1): 14-23.
- Simanjuntak, B. A., dan Purwaningsih, H. 2012. Pengaruh Kecepatan *Milling* Terhadap Perubahan Struktur Mikro Komposit Mg/Al<sub>3</sub>Ti. *Jurnal Teknik ITS*. Vol. 1, No. 1(Sept. 2012) ISSN: 2301-9271.
- Sugiyono. 2015. *Metode Penelitian Pendidikan (Pendekatan Kuantitatif, Kualitatif dan R&D)*. Bandung: Alfabeta.
- Sujatno, Agus., dkk. 2015. Studi *Scanning Electron Microscopy (SEM)* untuk Karakterisasi Proses Oksidasi Paduan Zirkonium. *Jurnal Forum Nuklir*, Vol. 9 No. 2.
- Sunardi, Irawati, U., dan Wianto, T. 2011. Karakterisasi Kaolin Lokal Kalimantan Selatan Hasil Kalsinasi. *Jurnal Fisika FLUX*. Vol. 8-1.
- Suryanarayana, C. 2001. *Mechanical Alloying and Milling*. *Jurnal Progress in Material Science* 46 hal 1-184.
- Zahara, Y., dkk. 2016. Pengaruh Waktu *Milling* Terhadap Ukuran Butir *Quartz* Dari Nagari Saruaso Kabupaten Tanah Datar. *Pillar Of Physics*, Vol. 8, 113-120.
- Zulkarnain, Adi Rahwanto. 2017. *Penggunaan Nano-Katalis dari Mineral Alam pada Material Penyimpan Hidrogen Berbasis Magnesium Hidrida (MgH<sub>2</sub>)*. *Laporan Penelitian*. Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Syiah Kuala. Kuala Lumpur