

Observasi Awal Terhadap Morfologi Serbuk Hasil Proses Mekanokimia $\text{La}(\text{OH})_3$ Dengan Gas Hidrogen

Andika Widya Pramono^{1,2}

¹Pusat Riset Material Maju – Badan Riset dan Inovasi Nasional, KST B. J. Habibie Gedung 440, Puspiptek
15314, Tangerang Selatan, Banten

²Fakultas Teknologi dan Bisnis Energi – Institut Teknologi PLN Jakarta, Menara PLN, Jl. Lingkar Luar
Barat, Duri Kosambi, Jakarta Barat 11750

E-mail: andika_pram@yahoo.com

ABSTRACT

Lanthanum hydroxide or $\text{La}(\text{OH})_3$ is a hydroxide compound containing rare earth metals, which has potential applications in electricity. Mechanochemical or mechanical chemistry processes are the use of mechanical principles to induce chemical reactions. This study aims to observe the early morphological variations of the powder resulting from the mechanochemical process between $\text{La}(\text{OH})_3$ and hydrogen gas using ball milling techniques. The results of observations with a scanning electron microscope (SEM) showed that there was aggregation or agglomeration of powder and a reduction in the size of the powder due to a long-time of ball milling.

Keywords: mechanochemistry, $\text{La}(\text{OH})_3$, hydrides, ball milling, aggregation

ABSTRAK

Lantanum hidroksida atau $\text{La}(\text{OH})_3$ adalah senyawa hidroksida yang mengandung logam tanah jarang, yang memiliki potensi aplikasi di ketenagalistrikan. Proses mekanokimia atau kimia mekanik adalah penggunaan prinsip mekanik untuk menginduksi reaksi kimia. Penelitian ini bertujuan untuk mengobservasi awal variasi morfologi dari serbuk yang dihasilkan dari proses mekanokimia antara $\text{La}(\text{OH})_3$ dengan gas hidrogen dengan teknik penggilingan bola. Hasil observasi dengan scanning electron microscope (SEM) menunjukkan adanya agregasi atau aglomerasi serbuk serta reduksi ukuran serbuk akibat lamanya waktu penggilingan bola.

Kata kunci: mekanokimia, $\text{La}(\text{OH})_3$, hidrida, penggilingan bola, agregasi

1. PENDAHULUAN

Lantanum hidroksida atau $\text{La}(\text{OH})_3$ adalah senyawa hidroksida yang mengandung logam tanah jarang. Di Indonesia, $\text{La}(\text{OH})_3$ adalah senyawa hasil olahan mineral monasit di Pulau Bangka yang mengandung lantanum (La). $\text{La}(\text{OH})_3$ disintesis melalui beberapa rute proses seperti penambahan air ke lantanum oksida [1], reaksi ammonia dengan larutan lantanum nitrat [2], serta hidrolisis dari lantanum karbida [3]. Aplikasi $\text{La}(\text{OH})_3$ yang potensial di bidang ketenagalistrikan antara lain adalah superkonduktor dan material dielektrik [4].

Proses mekanokimia atau kimia mekanik adalah penggunaan prinsip mekanik untuk menginduksi reaksi kimia. Dalam hal ini mekanokimia berfokus pada transformasi ikatan kovalen dengan menggunakan gaya mekanik [5]. Proses mekanokimia melengkapi proses-proses yang menginduksi reaksi kimia sebelumnya yaitu: reaksi panas di fluida, fotokimia, dan elektrokimia. Salah satu teknik mekanokimia adalah penggilingan bola (*ball-milling*) terhadap minimal dua elemen dan/atau senyawa.

Proses mekanokimia dengan menggunakan gas hidrogen biasanya dilakukan untuk menghasilkan senyawa hidrida atau material penyimpan hidrogen (*hydrogen storage materials*) [6]–[9]. Penggunaan proses mekanokimia yaitu penggilingan bola $\text{La}(\text{OH})_3$ dengan gas hidrogen belum pernah dilakukan sebelumnya. Penelitian ini bertujuan untuk mengobservasi awal variasi morfologi dari serbuk yang dihasilkan dari proses mekanokimia antara $\text{La}(\text{OH})_3$ dengan gas hidrogen.

2. METODE/PERANCANGAN PENELITIAN

Bahan baku yang digunakan untuk percobaan ini adalah serbuk $\text{La}(\text{OH})_3$ 99,9% *trace metal* dari *Sigma Aldrich* dengan nomor katalog 447226-50G. Berat serbuk $\text{La}(\text{OH})_3$ yang digiling (*milled*) adalah 10 g.

Serbuk $\text{La}(\text{OH})_3$ ini dimasukkan ke dalam tabung baja tahan karat (SS), yang tutupnya dilengkapi dengan saluran masuk dan keluar untuk aliran udara dan gas H_2 serta manometer untuk mengukur tekanan di dalam tabung. Mekanisme penggilingan dilakukan dengan menggunakan bola-bola *stainless steel*.

Sebelum proses penggilingan bola, tabung SS dan bola-bola penggilingan dibersihkan secara menyeluruh dengan etanol dan dikeringkan dengan semburan udara. Serbuk $\text{La}(\text{OH})_3$ dan bola-bola penggilingan kemudian dimasukkan ke dalam tabung SS, dengan rasio berat-bola/berat- $\text{La}(\text{OH})_3$ adalah 12,51. Tabung SS kemudian ditutup rapat, dilanjutkan dengan penyedotan udara keluar menggunakan kompresor udara. Tekanan udara yang tersisa di dalam tabung diukur melalui manometer pada tutup tabung dan harus 0 bar. Setelah itu, gas H_2 dialirkan ke dalam tabung dan kemudian katup gas ditutup. Tabung SS kemudian dimasukkan ke dalam mesin *ball-milling*.

Mesin *ball-milling* dihidupkan dengan putaran dan waktu penggilingan (*milling time*) yang diatur. Terdapat tiga jenis sampel beserta kondisi percobaannya berdasarkan variasi parameter: tekanan gas H₂ yang dimasukkan ke dalam tabung, putaran (*milling rotation*), waktu penggilingan, serta perlakuan kalsinasi pasca penggilingan bola. Tabel 1 menunjukkan ringkasan dari notasi ketiga sampel beserta kondisi percobaan. Setelah proses penggilingan bola, morfologi serbuk dari ketiga sampel kemudian diobservasi dengan menggunakan *scanning electron microscope* (SEM) *JEOL 6390 and Hitachi SU3500*.

Tabel 1. Notasi sampel dan kondisi percobaan.

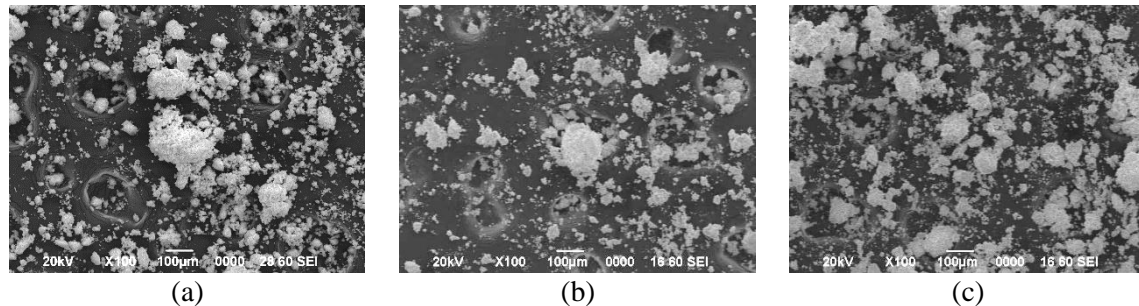
Notasi Sampel	Berat Serbuk La(OH)₃ (g)	Tekanan Gas H₂ (bar)	Putaran Rata-Rata (rpm)	Waktu Penggilingan Bola (jam)	Kalsinasi 400°C selama 1 jam
Sampel-1	10	0,15	330	16	Tidak
Sampel-2	10	0,77	460	47	Ya
Sampel-3	10	0,78	460	159	Tidak

3. HASIL DAN PEMBAHASAN

Gambar 1a, 1b, dan 1c menunjukkan hasil observasi SEM dengan *JEOL 6390* dari Sampel-1, Sampel-2, dan Sampel-3, masing-masing pada perbesaran 100x. Terlihat adanya pengumpulan atau agregasi serbuk pada ketiga sampel. Agregasi serbuk juga terpantau pada hasil observasi SEM dengan *Hitachi SU3500* untuk Sampel-1, Sampel-2, dan Sampel-3, seperti terlihat pada Gambar 2a, 2b, dan 2c, masing-masing pada perbesaran 2.500x. Agregasi atau aglomerasi kerap terjadi pada serbuk hasil proses *ball-milling*, terutama untuk proses yang dilakukan dalam keadaan kering tanpa aditif. Pada Gambar 2b, terlihat beberapa penggumpalan serbuk yang cukup besar pada Sampel-2 (ditandai dengan garis merah). Penggumpalan pada Sampel-2 ini ditengarai akibat kombinasi proses penggilingan kering (*dry milling*) yang dilanjutkan dengan kalsinasi. Penggumpalan akibat proses *ball-milling* juga dilaporkan terjadi pada katalis CuMnAg [10], partikel nano MgO [11], serta partikel nano CaMoO₄ [12].

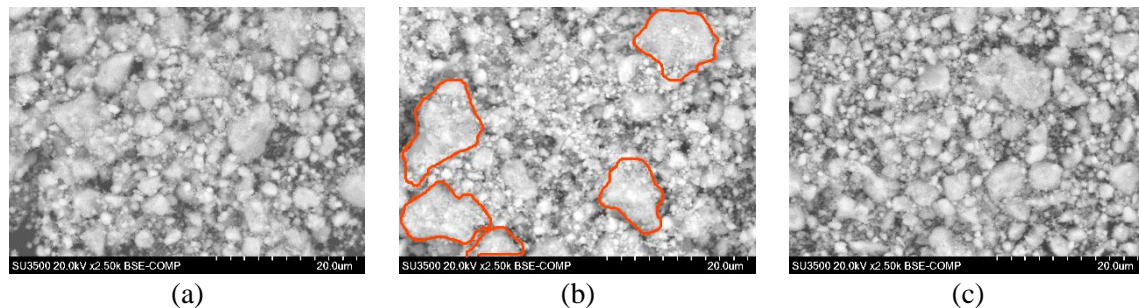
Terdapat beberapa sub-mekanisme yang menyebabkan agregasi atau aglomerasi. Saat proses penggilingan bola, partikel-partikel diangkut, bertabrakan, dan menempel serta diikuti oleh disrupsi atau sementasi partikel terkait. Aglomerat membentuk partikel semen. Tanpa sementasi dan supersaturasi, semua partikel yang teraglomerasi longgar dapat mudah terburai. Tingkat aglomerasi yang efektif biasanya digambarkan sebagai kecepatan di mana gangguan dan sementasi bersama-

sama menghasilkan efek gabungan yang terlihat dalam observasi SEM. Gerak Brown, aliran laminar atau turbulen, dan pengaturan partikel relatif adalah tiga proses transpor dasar yang mendasari tumbukan antar partikel [13].



Gambar 1. Morfologi serbuk hasil penggilingan bola (*ball-milling*) yang diobservasi dengan SEM *JEOL 6390* pada perbesaran 100x untuk: (a) Sampel-1, (b) Sampel-2, dan (c) Sampel-3.

Dari hasil pengamatan SEM belum terlihat jelas efek dari variasi putaran dan waktu penggilingan bola terhadap morfologi serbuk. Akan tetapi tampilan serbuk yang cukup kecil dan banyak terlihat pada Gambar 2c dari Sampel-3. Hal ini bisa dikaitkan dengan kondisi eksperimen di mana waktu penggilingan bola dari Sampel-3 adalah yang paling lama yaitu 159 jam. Dalam hal ini, lama proses penggilingan bola berdampak pada penurunan ukuran partikel.



Gambar 2. Morfologi serbuk hasil penggilingan bola (*ball-milling*) yang diobservasi dengan SEM *Hitachi SU3500* pada perbesaran 2.500x untuk: (a) Sampel-1, (b) Sampel-2, dan (c) Sampel-3.

4. KESIMPULAN DAN SARAN

Terjadi agregasi atau aglomerasi serbuk hasil proses penggilingan bola antara $\text{La}(\text{OH})_3$ dengan gas hidrogen. Fenomena pengumpulan serbuk ini kerap terjadi pada proses penggilingan bola yang dilakukan dalam kondisi kering tanpa aditif. Agregasi serbuk dengan tampilan yang lebih besar juga terobservasi pada sampel yang mengalami kalsinasi. Reduksi ukuran partikel meningkat dengan lamanya waktu penggilingan bola. Ke depannya perlu dilakukan investigasi kuantitatif dengan menggunakan teknik *particle size analysis* untuk memverifikasi efek proses penggilingan bola terhadap distribusi ukuran partikel.

UCAPAN TERIMAKASIH

Penulis mengucapkan terima kasih kepada Institut Teknologi PLN atas dana kegiatan riset dengan No Hibah 0120/SK/1/A0/05/2022 tertanggal 13 Mei 2022, serta para peneliti hingga teknisi Pusat Penelitian Metalurgi dan Material LIPI atas dukungan dan bantuannya terhadap pelaksanaan penelitian dan penulisan artikel. Penulis mengapresiasi fasilitas, dukungan ilmiah dan teknis dari (1) Laboratorium Karakterisasi Material dan Metalurgi KST B. J. Habibie – Puspiptek Serpong dan (2) Laboratorium Karakterisasi Lanjutan KST B. J. Habibie – Puspiptek Serpong, Badan Riset dan Inovasi Nasional Indonesia melalui E-Layanan Sains (ELSA), Badan Riset dan Inovasi Nasional (BRIN).

DAFTAR PUSTAKA

- [1] J. Ding, Y. Wu, W. Sun, and Y. Li, "Preparation of $\text{La}(\text{OH})_3$ and La_2O_3 with rod morphology by simple hydration of La_2O_3 ," *Journal of Rare Earths*, vol. 24, no. 4, pp. 440–442, Aug. 2006, doi: 10.1016/S1002-0721(06)60139-7.
- [2] E. v. Shkol'nikov, "Thermodynamic characterization of the amphotericism of hydroxides and oxides of scandium subgroup elements in aqueous media," *Russian Journal of Applied Chemistry*, vol. 82, no. 12, pp. 2098–2104, Dec. 2009, doi: 10.1134/S1070427209120040.
- [3] Q. Li, J. Ni, Y. Wu, Y. Du, W. Ding, and S. Geng, "Synthesis and characterization of $\text{La}(\text{OH})_3$ nanopowders from hydrolysis of lanthanum carbide," *Journal of Rare Earths*, vol. 29, no. 5, pp. 416–419, May 2011, doi: 10.1016/S1002-0721(10)60471-1.
- [4] National Center for Advancing Translational Sciences, "INXIGHT DRUGS," <https://drugs.ncats.io/drug/7PTY21U5YN>.
- [5] M. K. Beyer and H. Clausen-Schaumann, "Mechanochemistry: the mechanical activation of covalent bonds," *Chem Rev*, vol. 105, no. 8, pp. 2921–2948, Aug. 2005, doi: 10.1021/cr030697h.
- [6] S. Mateti, C. Zhang, A. Du, S. Periasamy, and Y. I. Chen, "Superb storage and energy saving separation of hydrocarbon gases in boron nitride nanosheets via a mechanochemical process," *Materials Today*, vol. 57, pp. 26–34, Jul. 2022, doi: 10.1016/j.mattod.2022.06.004.
- [7] J. Lyu, A. Lider, and V. Kudiiarov, "Using ball milling for modification of the hydrogenation/dehydrogenation process in magnesium-based hydrogen storage materials: An overview," *Metals*, vol. 9, no. 7. MDPI AG, Jul. 01, 2019. doi: 10.3390/met9070768.
- [8] A. Kamble, P. Sharma, and J. Huot, "Effect of doping and particle size on hydrogen absorption properties of BCC solid solution $52\text{Ti}-12\text{V}-36\text{Cr}$," *Int J Hydrogen Energy*, vol. 42, no. 16, pp. 11523–11527, Apr. 2017, doi: 10.1016/j.ijhydene.2017.02.137.

- [9] C. I. Smith *et al.*, “Electron spin resonance investigation of hydrogen absorption in ball-milled graphite,” *The Journal of Physical Chemistry C*, vol. 113, no. 14, pp. 5409–5416, Apr. 2009, doi: 10.1021/jp809902r.
- [10] S. Dey, G. Chandra Dhal, D. Mohan, and R. Prasad, “Synthesis of silver promoted CuMnOx catalyst for ambient temperature oxidation of carbon monoxide,” *Journal of Science: Advanced Materials and Devices*, vol. 4, no. 1, pp. 47–56, Mar. 2019, doi: 10.1016/j.jsamd.2019.01.008.
- [11] H. R. Raveesha *et al.*, “The electrochemical behavior, antifungal and cytotoxic activities of phytofabricated MgO nanoparticles using *Withania somnifera* leaf extract,” *Journal of Science: Advanced Materials and Devices*, vol. 4, no. 1, pp. 57–65, Mar. 2019, doi: 10.1016/j.jsamd.2019.01.003.
- [12] M. Kusuma and G. T. Chandrappa, “Effect of calcination temperature on characteristic properties of CaMoO₄ nanoparticles,” *Journal of Science: Advanced Materials and Devices*, vol. 4, no. 1, pp. 150–157, Mar. 2019, doi: 10.1016/j.jsamd.2019.02.003.
- [13] H. J. M. Kramer and G. M. van Rosmalen, “CRYSTALLIZATION,” in *Encyclopedia of Separation Science*, I. D. Wilson, Ed. Elsevier, 2000, pp. 64–84. doi: 10.1016/B0-12-226770-2/00031-4.