



**UNIVERSITAS INDONESIA**

**SINTESIS FLUIDA TERSUSPENSI PARTIKEL SUBMIKRON  
TiO<sub>2</sub> MENGGUNAKAN *PLANETARY BALL MILL***

**SKRIPSI**

**Diajukan sebagai salah satu syarat untuk memperoleh gelar Sarjana Teknik**

**MUHAMMAD RIFQI AZHARI  
0405040457**

**FAKULTAS TEKNIK  
PROGRAM STUDI TEKNIK METALURGI DAN MATERIAL  
DEPOK  
DESEMBER 2009**

## HALAMAN PERNYATAAN ORISINALITAS

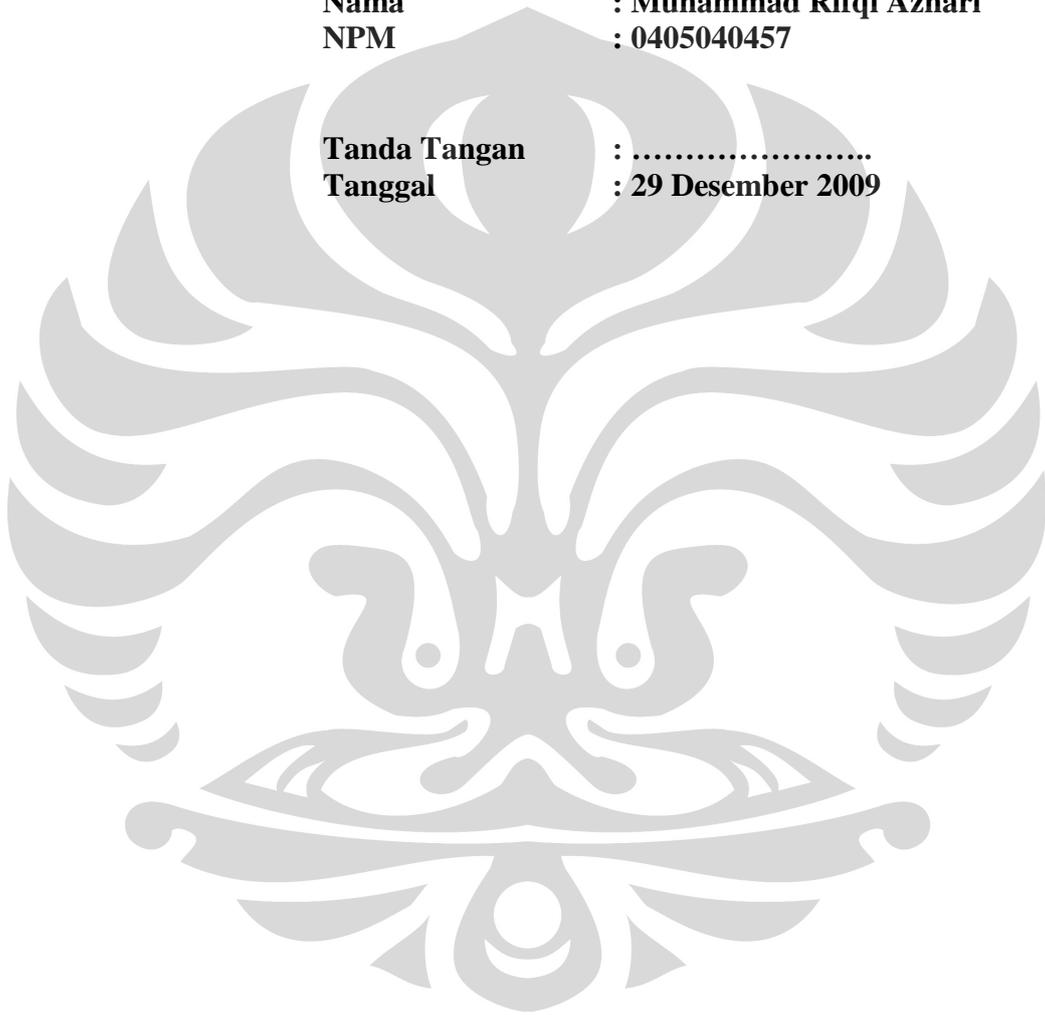
**Skripsi ini adalah hasil karya saya sendiri, dan semua sumber baik yang dikutip maupun dirujuk telah saya nyatakan dengan benar.**

**Nama : Muhammad Rifqi Azhari**

**NPM : 0405040457**

**Tanda Tangan : .....**

**Tanggal : 29 Desember 2009**



## HALAMAN PENGESAHAN

Skripsi ini diajukan oleh :  
Nama : Muhammad Rifqi Azhari  
NPM : 0405040457  
Program Studi : Teknik Metalurgi dan Material  
Judul Skripsi : Sintesis fluida tersuspensi partikel  
submikron  $\text{TiO}_2$  menggunakan *planetary ball mill*

Telah berhasil dipertahankan di hadapan Dewan Penguji dan diterima sebagai bagian persyaratan yang diperlukan untuk memperoleh gelar Sarjana Teknik pada Program Studi Teknik Metalurgi dan Material Fakultas Teknik, Universitas Indonesia

### DEWAN PENGUJI

Pembimbing : Dr. Ir. Sri Harjanto. ( )

Penguji 1 : Dr. Ir. Sotya Astutiningsih, M. Eng ( )

Penguji 2 : Deni Ferdian, ST. M. Sc ( )

Ditetapkan di : Depok  
Tanggal : 29 Desember 2009

## UCAPAN TERIMA KASIH

Penulis mengucapkan terima kasih kepada:

**Dr.Ir. Sri Harjanto**

Selaku dosen pembimbing yang telah meluangkan waktu untuk memberi pengarahan, diskusi, dan bimbingan serta persetujuan sehingga skripsi ini dapat diselesaikan dengan baik.



**HALAMAN PERNYATAAN PERSETUJUAN PUBLIKASI TUGAS  
AKHIR UNTUK KEPENTINGAN AKADEMIS**

---

Sebagai sivitas akademik Universitas Indonesia, saya yang bertanda tangan di bawah ini, :

Nama : Muhammad Rifqi Azhari  
NPM : 0405040457  
Program Studi : Teknik Metalurgi dan Material  
Departemen : Metalurgi dan Material  
Fakultas : Teknik  
Jenis Karya : Skripsi

demi pengembangan ilmu pengetahuan, menyetujui untuk memberikan kepada Universitas Indonesia **Hak Bebas Royalti Noneksklusif (*Non-exclusive Royalty-Free Right*)** atas karya ilmiah saya yang berjudul :

**Sintesis Fluida Tersuspensi Partikel Submikron TiO<sub>2</sub> Menggunakan  
*Planetary Ball Mill***

beserta perangkat yang ada (jika diperlukan). Dengan Hak Bebas Royalti Noneksklusif ini Universitas Indonesia berhak menyimpan, mengalihmedia/formatkan, mengelola dalam bentuk pangkalan data (*database*), merawat, dan mempublikasikan tugas akhir saya selama tetap mencantumkan nama saya sebagai penulis atau pencipta dan sebagai pemilik Hak Cipta. Demikian pernyataan ini saya buat dengan sebenarnya.

Dibuat di : Depok  
Pada Tanggal : 29 Desember 2009  
Yang menyatakan

(.....)

## ABSTRAK

Nama : Muhammad Rifqi Azhari

Program Studi : Teknik Metalurgi dan Material

Judul : Sintesis Fluida Tersuspensi Partikel Submikron TiO<sub>2</sub> Menggunakan *Planetary Ball Mill*

Perkembangan teknologi mutakhir memungkinkan manusia untuk melakukan rekayasa material hingga tingkat nano. Alat dengan ukuran sangat kecil serta kecepatan proses tinggi menghasilkan perbandingan nilai kalor per area (fluks) tinggi. Fluida konvensional seperti air, oli, dan etilen glikol tidak lagi efektif untuk mendinginkan alat – alat tersebut. Ide penggunaan partikel padat terlarut dalam fluida dengan konduktivitas termal tinggi timbul guna memberikan perbaikan sifat terhadap pendingin konvensional. Proses sintesis nanofluida yang mahal dan cukup sulit membuat penelitian lebih lanjut dilakukan dengan metode reduksi ukuran (*top - down*) menggunakan alat *planetary ball mill*. Partikel skala mikron digunakan adalah TiO<sub>2</sub> konsentrasi 15% volume dengan media pelarut air distilasi. variabel penelitian digunakan adalah kecepatan putar alat 500 rpm, waktu putar 31 jam, dan tanpa penambahan penstabil. Hasil didapat diencerkan menjadi beberapa persentase berdasarkan konsentrasi untuk diketahui ukuran dan sifat konduktivitas termal. Hasil pengujian ukuran partikel menunjukkan bahwa rerata diameter TiO<sub>2</sub> disetiap persen volumenya adalah 89,5 nm dengan rerata rasio peningkatan nilai konduktivitas termal 1,15 terhadap fluida dasarnya.

Kata kunci : Nanofluida, partikel TiO<sub>2</sub>, reduksi ukuran, konduktivitas termal, ukuran partikel.

## ABSTRACT

Name : Muhammad Rifqi Azhari  
Major : Metallurgy and Materials Engineering  
Title : Synthesize of TiO<sub>2</sub> Submicron Particle Suspended Fluid Using Planetary Ball mill

Advance technology development nowadays gives possibility for mankind to manipulate materials in nano scale. Small device with high speed processing produce great amount of heat in localized area (heat flux). Conventional cooling system like water, oil, and ethylene glycol became unable to handle great amount of heat flux in order to chill the device. Thus, an idea emerge to using dissipating solid nano particle with high thermal conductivity with better quality than conventional cooling system. This nanofluids processing is still expensive and difficult, therefore the present research study about nanofluids synthesise with comminution (top - down) method, using planetary ball mill. Micron scale particle used in this research are TiO<sub>2</sub> with 15% concentration of base fluid volume and distilled water as base fluids. Variable used are 500 rpm milling volume and 31 hours milling time, and without additive added. The result obtained is divided into some variables base on concentration to see the effect toward its size and thermal conductivity value. Particle testing result shows that average diameter of TiO<sub>2</sub> particle achieved in every variable is 89,5 nm with 1,15 improve ratio thermal conductivity than it based fluid.

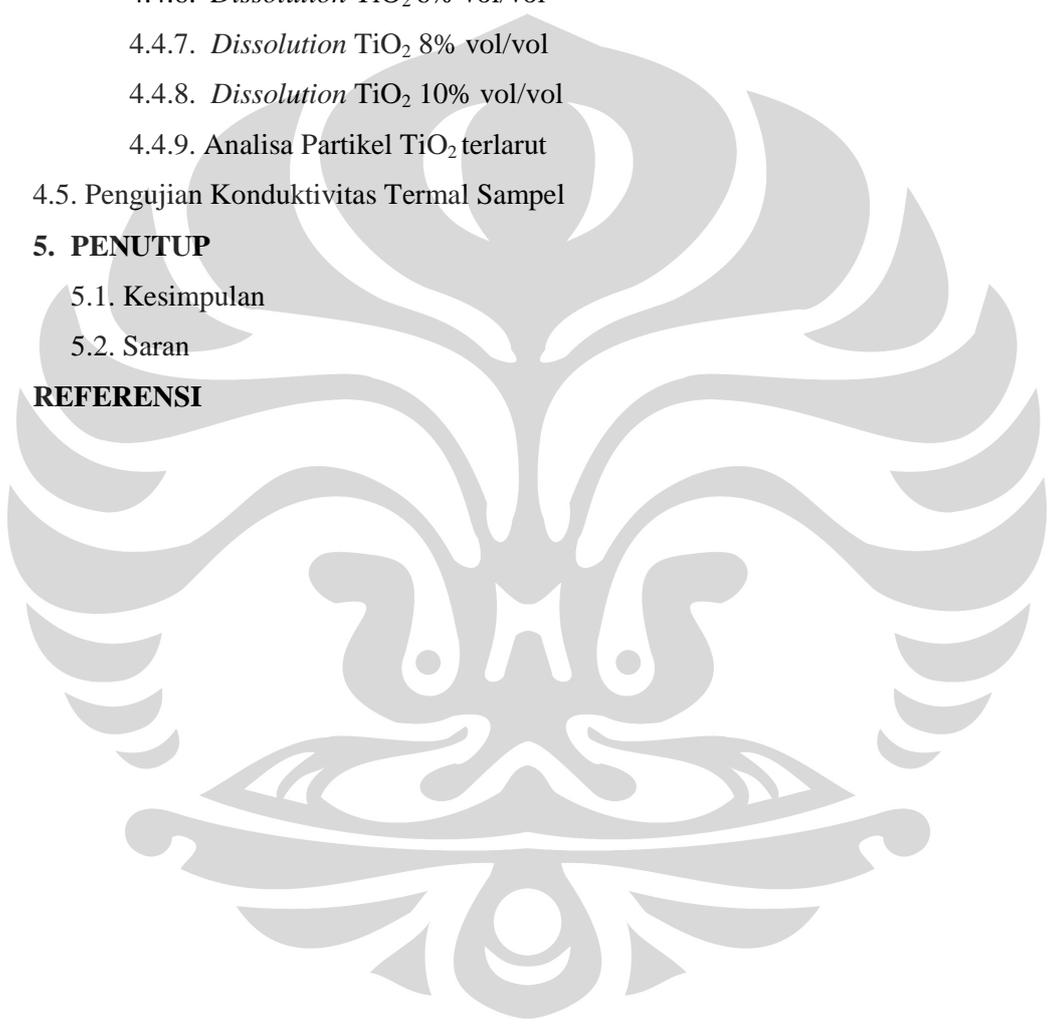
Keywords : Nanofluids, TiO<sub>2</sub> particle, size reduction, thermal conductivity, particle size

## DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL	i
HALAMAN PERNYATAAN ORISINALITAS	ii
HALAMAN PENGESAHAN	iii
UCAPAN TERIMA KASIH	iv
LEMBAR PERSETUJUAN PUBLIKASI KARYA ILMIAH	v
ABSTRAK	vi
<i>ABSTRACT</i>	vii
DAFTAR ISI	viii
DAFTAR TABEL	xi
DAFTAR GAMBAR	xii
DAFTAR LAMPIRAN	xvi
<b>1. PENDAHULUAN</b>	<b>1</b>
1.1. Latar Belakang	1
1.2. Perumusan Masalah	2
1.3. Tujuan Penelitian	3
1.4. Metodologi Penelitian	3
1.5 Ruang Lingkup Penelitian	4
1.6 Sistematika Penulisan	5
<b>2. DASAR TEORI</b>	<b>7</b>
2.1. Nanofluida	7
2.2. Proses Fabrikasi	8
2.2.1. <i>Two-Step Process</i>	8
2.2.2. <i>One-Step Process</i>	9
2.2.3. Proses Lain	10
2.3. Faktor-Faktor yang Mempengaruhi Sintesis nanofluida	11
2.3.1. Stabilitas Termal	11
2.3.2. Kemampuan Berdispersi Dalam Media Pendispersi	14
2.3.3. Sifat Mampu Manipulasi Disetiap Kompatibilitas Kimia	17
2.4. Karakterisasi Hasil Sintesis nanofluida	18
2.4.1. <i>Transmission Electron Microscopy</i>	18
2.4.2. <i>X-Ray Diffraction</i>	18

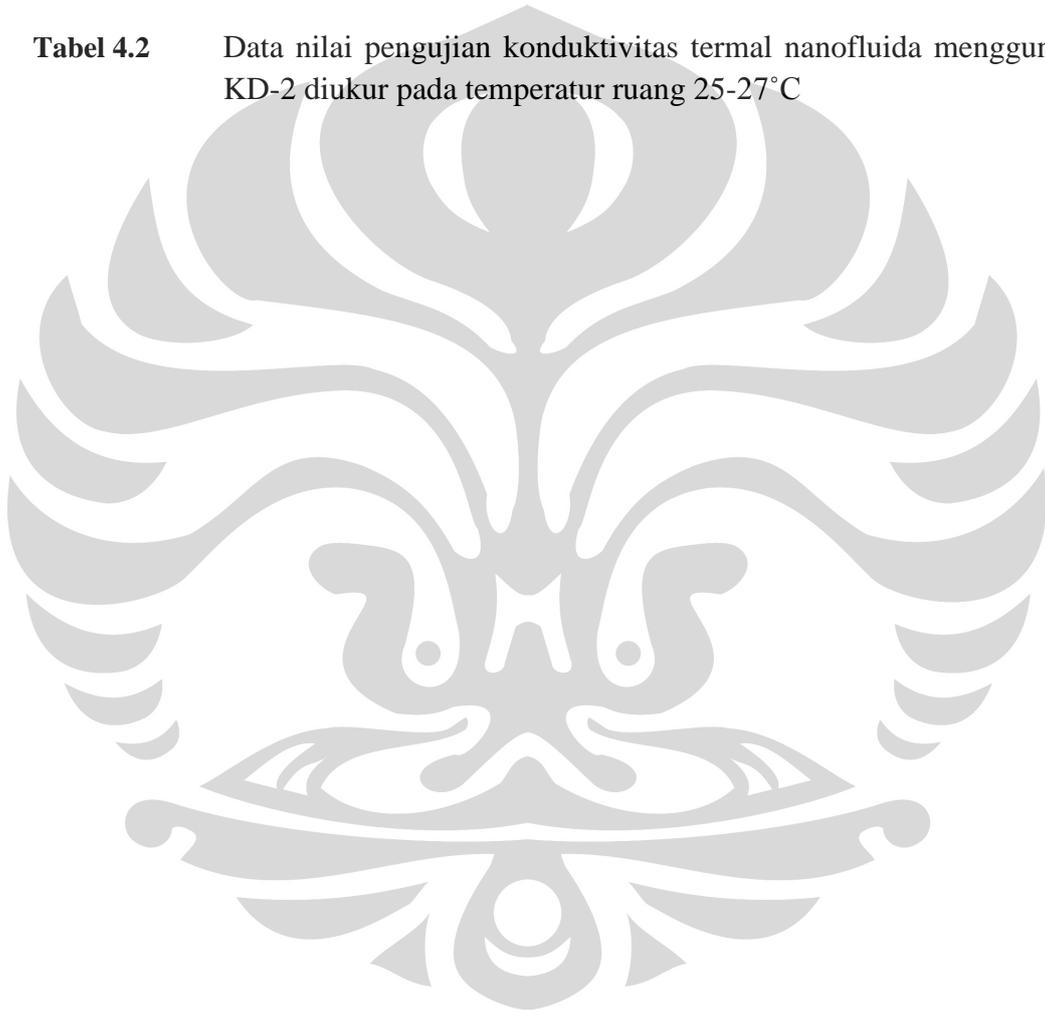
2.4.3. Zeta Potensial	20
2.5. Konduktivitas Termal	22
2.5.1. Pengaruh Volume konsentrasi Partikel	23
2.5.2. Pengaruh Jenis Partikel	25
2.5.3. Pengaruh Ukuran Partikel	27
2.5.4. Pengaruh Bentuk Partikel	28
2.5.5. Pengaruh Fluida Sebagai Material Dasar	30
2.5.6. Pengaruh Temperatur	30
2.5.7. Pengaruh Penambahan Aditif	34
2.5.8. Pengaruh Keasaman (pH)	35
2.6 <i>Planetary Ball Mill</i>	36
<b>3. METODOLOGI PENELITIAN</b>	<b>40</b>
3.1. Diagram Alir	40
3.2. Alat dan Bahan	41
3.2.1. Bahan	41
3.2.2. Alat	42
3.3 Sintesis Nanofluida	44
3.3.1. Preparasi Sampel	45
3.3.2. Proses Milling	45
3.3.3. Penyalinan dan Pengenceran Awal	46
3.3.4. Pengenceran Konsentrasi	46
3.4. Karakterisasi Nanofluida Hasil Sintesis	48
3.4.1. <i>Particle Size Analyzer</i>	48
3.4.2. <i>X-Ray Diffraction</i>	49
3.4.3. Konduktivitas Termal	50
<b>4. HASIL PENELITIAN DAN PEMBAHASAN</b>	<b>51</b>
4.1. Pengujian <i>X-Ray Diffraction Sampel Awal</i>	51
4.1.1. TiO <sub>2</sub> Analisis	51
4.1.2. TiO <sub>2</sub> Komersil	53
4.2. Pengujian Particle Size Analyzer Sampel Awal	54
4.2.1. TiO <sub>2</sub> Analisis	55
4.2.2. Ukuran Partikel TiO <sub>2</sub> Analisis	55
4.2.3. TiO <sub>2</sub> Komersil	56
4.2.4. Ukuran Partikel TiO <sub>2</sub> Komersil	57

4.3. Hasil Sintesis Nanofluida	58
4.4. Ukuran Partikel Hasil Sintesis Nanofluida	61
4.4.1. <i>Dissolution</i> TiO <sub>2</sub> 1% vol/vol	61
4.4.2. <i>Dissolution</i> TiO <sub>2</sub> 2% vol/vol	62
4.4.3. <i>Dissolution</i> TiO <sub>2</sub> 3% vol/vol	63
4.4.4. <i>Dissolution</i> TiO <sub>2</sub> 4% vol/vol	64
4.4.5. <i>Dissolution</i> TiO <sub>2</sub> 5% vol/vol	65
4.4.6. <i>Dissolution</i> TiO <sub>2</sub> 6% vol/vol	66
4.4.7. <i>Dissolution</i> TiO <sub>2</sub> 8% vol/vol	67
4.4.8. <i>Dissolution</i> TiO <sub>2</sub> 10% vol/vol	68
4.4.9. Analisa Partikel TiO <sub>2</sub> terlarut	69
4.5. Pengujian Konduktivitas Termal Sampel	71
<b>5. PENUTUP</b>	<b>75</b>
5.1. Kesimpulan	75
5.2. Saran	77
<b>REFERENSI</b>	<b>78</b>



## DAFTAR TABEL

- Tabel 3.1** Literatur ukuran bola yang efektif untuk digunakan dalam reduksi ukuran pada alat *planetary ballmill*
- Tabel 4.1** Perbandingan data hasil pengujian *Particle Size Analyzer* keseluruhan sampel TiO<sub>2</sub> setiap persentasenya. Dilakukan menggunakan pendekatan nilai intensitas partikel
- Tabel 4.2** Data nilai pengujian konduktivitas termal nanofluida menggunakan alat KD-2 diukur pada temperatur ruang 25-27°C



## DAFTAR GAMBAR

- Gambar 2.1** Nanopartikel adalah sebuah sistem metasabil, dengan energi antara atom, molekul, dan ukuran normal. Dibedakan tergantung dari tipe nanopartikel energi, dan setiap nanopartikel mencari kestabilan dengan berubah ukuran menjadi lebih besar
- Gambar 2.2** Stabilitas kinetik dari sistem nanopartikel. Sebagai penghalang interaksi gaya van der Waals lebih tinggi dari energi termalnya, maka cenderung stabil. Ketika penghalang ini tidak ada maka partikel akan mengalami agregasi atau penyatuan
- Gambar 2.3** Skema dari sebuah nanopartikel, memperlihatkan inti dan cangkang pelindung. Tidak seperti diperlihatkan disini, inti tidak harus berupa atom seagam tetapi dapat gabungan dari beberapa atom. Rantai pelindung hidrokarbon sangat mungkin panjang, spoerti dipolimer, atau sama sekali tidak ada.
- Gambar 2.4** Variasi pada diffraktografi sinar-X pada nanopartikel emas sebagai fungsi dari dimensinya dibandingkan dengan serbuk Au ukuran lebih besar. Sampel nanopartikel emas ini dilindungi oleh asam mercaptosuccinic dan rasio S/Au hasil sintesis dapat terlihat dimensinya. Perbandingan dimensi adalah : 4nm, 1nm, 3nm,2nm, dan 0,5nm
- Gambar 2.5** Perubahan termal konduktivitas  $Al_2O_3$  didalam air
- Gambar 2.6** Perbandingan perubahan termal konduktivitas dari hasil dua penelitian yang memiliki variabel sama
- Gambar 2.7** Perubahan termal konduktivitas CuO didalam media pendispersi air
- Gambar 2.8** Pengaruh volume konsentrasi partikel terhadap konduktivitas termal dua penelitian di rentang yang berbeda
- Gambar 2.9** Nilai konduktivitas termal CuO didalam fluida etilen glikol. Literatur dari dua penelitian yang ada menunjukkan peningkatan signifikan dengan meningkatnya volume partikel
- Gambar 2.10** Pengaruh Jenis partikel oksida terhadap konduktivitas termal didalam media pendispersi air
- Gambar 2.11** Perbedaan nilai konduktivitas termal partikel logam dan oksida dalam media pendispersi etilen glikol
- Gambar 2.12** Perbandingan konduktivitas termal logam, oksida, dan karbida didalam pelarut etilen glikol

- Gambar 2.13** Pengaruh ukuran partikel terhadap konduktivitas termalnya dalam media air
- Gambar 2.14** Pengaruh ukuran partikel terhadap konduktivitas termalnya didalam media etilen glikol
- Gambar 2.15** Pengaruh ukuran partikel CuO terhadap konduktivitas termal didalam media pendispersi air
- Gambar 2.16** Konduktivitas SiC dalam media pelarut air dengan perbandingan bentuk bola dan silinder
- Gambar 2.17** Konduktivitas SiC dalam media pelarut etilen glikol dengan perbandingan bentuk bola dan silinder
- Gambar 2.18** Konduktivitas TiO<sub>2</sub> dalam media pelarut air dengan perbandingan bentuk bola dan batang
- Gambar 2.19** Konduktivitas berbagai fluida dasar dengan besar partikel seragam
- Gambar 2.20** Penelitian Li & Peterson untuk nanofluida Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> didalam media pendispersi air
- Gambar 2.21** Penelitian Das, et al untuk sintesis nanofluida Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> didalam media pendispersi air
- Gambar 2.22** Penelitian Masuda, et al untuk sintesis nanofluida Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> didalam media pendispersi air
- Gambar 2.23** Penelitian Das, et al untuk sintesis nanofluida CuO didalam media pendispersi air
- Gambar 2.24** Penelitian Li & Peterson untuk sintesis nanofluida CuO didalam media pendispersi air
- Gambar 2.25** Penelitian Wen & Ding untuk sintesis nanofluida MWCNT didalam media pendispersi air
- Gambar 2.26** Penelitian Ding, et al untuk sintesis nanofluida MWCNT didalam media pendispersi air
- Gambar 2.27** Hasil Penelitian Eastman, et al untuk sintesis nanofluida Cu didalam media pendispersi etilen glikol
- Gambar 2.28** Hasil Penelitian Assael untuk sintesis nanofluida MWCNT didalam media pendispersi air

- Gambar 2.29** Hasil Penelitian Xie, et al untuk sintesis nanofluida  $\text{Al}_2\text{O}_3$  didalam media pendispersi air
- Gambar 2.30** Hasil Penelitian Lee, et al untuk sintesis nanofluida  $\text{CuO}$  didalam media pendispersi air
- Gambar 2.31** *Planetary ball mill* generasi 4 hasil riset dan fabrikasi yang tersedia di Lembaga Ilmu Pengetahuan Indonesia, PUSPITEK, Serpong, Indonesia
- Gambar 2.32** Gambar nanopartikel silika dengan berbagai diameter
- Gambar 2.33** Hasil milling logam  $\text{Cu}$  dengan vial dan bola dari material baja karbon rendah
- Gambar 2.34** Hasil milling logam  $\text{TiO}_2$  dengan vial dan bola dari material baja karbon rendah
- Gambar 3.1** Struktur kristal  $\text{TiO}_2$ . Bagian sebelah kiri adalah struktur kristal  $\text{TiO}_2$  anatase dan bagian sebelah kanan adalah struktur kristal  $\text{TiO}_2$  rutile
- Gambar 3.2** Menentukan ukuran partikel dengan menggunakan penyebaran sinar yang dinamis
- Gambar 4.1** Hasil XRD partikel  $\text{TiO}_2$  analisis dengan sudut  $2\theta$   $10-80^\circ$  selama 60 menit
- Gambar 4.2** Hasil XRD partikel  $\text{TiO}_2$  komersil dengan sudut  $2\theta$   $10-80^\circ$  selama 60 menit
- Gambar 4.3** Hasil pengujian *particle size analyzer* sampel awal  $\text{TiO}_2$  Analisis dengan pendekatan nilai intensitas partikel
- Gambar 4.4** Hasil pengujian *particle size analyzer* sampel awal  $\text{TiO}_2$  komersil dengan pendekatan nilai intensitas partikel
- Gambar 4.5** Foto hasil sintesis nanofluida
- Gambar 4.6** Ukuran partikel  $\text{TiO}_2$  1% vol/vol berdasarkan pendekatan nilai intensitas partikel
- Gambar 4.7** Ukuran partikel  $\text{TiO}_2$  1% vol/vol berdasarkan pendekatan nilai intensitas partikel
- Gambar 4.8** Ukuran partikel  $\text{TiO}_2$  2% vol/vol berdasarkan pendekatan nilai intensitas partikel
- Gambar 4.8** Ukuran partikel  $\text{TiO}_2$  3% vol/vol berdasarkan pendekatan nilai intensitas partikel

**Gambar 4.9** Ukuran partikel TiO<sub>2</sub> 4% vol/vol berdasarkan pendekatan nilai intensitas partikel

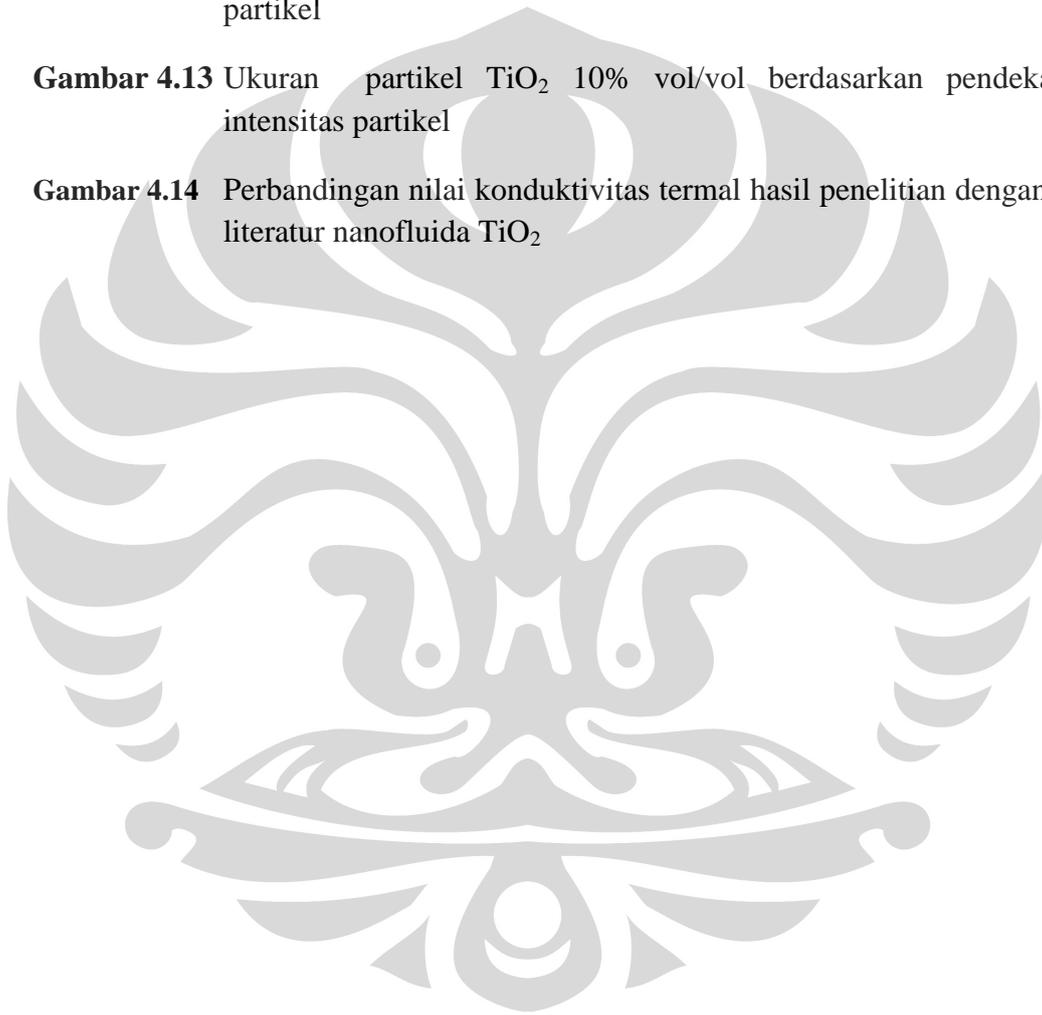
**Gambar 4.10** Ukuran partikel TiO<sub>2</sub> 5% vol/vol berdasarkan pendekatan nilai intensitas partikel

**Gambar 4.11** Ukuran partikel TiO<sub>2</sub> 6% vol/vol berdasarkan pendekatan nilai intensitas partikel

**Gambar 4.12** Ukuran partikel TiO<sub>2</sub> 8% vol/vol berdasarkan pendekatan nilai intensitas partikel

**Gambar 4.13** Ukuran partikel TiO<sub>2</sub> 10% vol/vol berdasarkan pendekatan nilai intensitas partikel

**Gambar 4.14** Perbandingan nilai konduktivitas termal hasil penelitian dengan beberapa literatur nanofluida TiO<sub>2</sub>



## DAFTAR LAMPIRAN

**Lampiran 1.** Hasil XRD TiO<sub>2</sub> Analis

**Lampiran 2.** Hasil XRD TiO<sub>2</sub> Komersil

**Lampiran 3.** Hasil PSA TiO<sub>2</sub> Analis

**Lampiran 4.** Hasil PSA TiO<sub>2</sub> Komersil

**Lampiran 5.** Hasil PSA TiO<sub>2</sub> Penelitian

**Lampiran 6.** Konduktivitas Termal



# BAB I

## PENDAHULUAN

### 1.1 Latar Belakang

Nanofluida adalah partikel padat yang tersuspensi didalam cairan dengan dimensi lebih kecil dari 100nm. Setelah penemuan awal oleh professor Choi<sup>(1)</sup>, nanofluida menjadi salah satu klasifikasi dunia yang diperhitungkan karena karena efektif sebagai fluida perpindahan panas. Potensial dari nanofluida sangat menguntungkan dan diaplikasikan dibanyak industri mulai dari alat-alat elektronik sampai dengan transportasi membuat banyak peneliti tertarik untuk mengembangkan baik dari secara teoritikal maupun eksperimental. Perkembangan penelitian dari nanofluida cukup tinggi terutama setelah tahun 1995; sampai saat ini saja sudah sekitar 450 jurnal internasional telah diterbitkan di *Science Citation Index Journal*. Umumnya jurnal membahas tentang perbaikan sifat dari nanofluida karena proses sintesis baru, potensi penggunaannya, penelitian dan analisa dari keefektifan transfer panas, difusi transfer panas, dan transfer panas konvektif.

Saat ini banyak dijumpai peralatan-peralatan berdimensi kecil yang memiliki kemampuan luar biasa, misalnya chip computer, memiliki ukuran yang kecil dan mempunyai kecepatan proses yang luar biasa cepat, kemudian perkembangan teknologi LASER yang begitu cepat dengan ukuran peralatannya makin hari semakin kecil dan kompak. Dari segi dimensi sangatlah menguntungkan karena dapat menghemat ruang, akan tetapi tentunya peralatan tersebut akan menghasilkan flux kalor (kalor per satuan luas) yang cukup tinggi. Oleh karena itu sistem pendinginan yang baik dan tepat sangatlah dibutuhkan agar kestabilan fungsi dari peralatan tersebut terjamin.

Udara, air, atau bahkan fluida kerja konvensional yang biasa dipergunakan untuk proses pendinginan kurangnya efektif karena koefisien perpindahan kalornya kurang memadai, fluida tersebut bisa dimanfaatkan apabila dengan laju aliran fluidanya ditingkatkan, hal ini kurangnya efektif karena membutuhkan

tempat penyimpanan untuk fluida kerja yang besar sedangkan peralatan yang akan didinginkan dimensinya cukup kecil.

Dari perkembangan teknologi yang ada, ditawarkan suatu fluida kerja baru yakni Nanofluida. Fluida ini diperkirakan dapat digunakan sebagai fluida kerja alternatif untuk menggantikan fluida kerja konvensional tersebut. Nanofluida adalah suatu campuran atau suspensi antara fluida cair (yang disebut dengan fluida dasar) dengan partikel solid yang mempunyai ukuran diameter dalam nanometer 100 - 1 nm. Secara teoritis campuran ini memiliki termal konduktivitas yang lebih baik daripada fluida dasar pencampurnya, karena partikel solid memiliki termal konduktivitas yang lebih tinggi dari fluida dasar pencampurnya dan lebih rendah dari termal konduktivitas partikel solid.

Selain daripada itu, efek gerak Brown diperkirakan akan terjadi pada partikel-partikel solid yang berukuran sangat kecil di dalam fluida dasarnya. Hal ini yang menyebabkan pengurangan sedimentasi yang terbentuk, karena nanopartikel tersebut akan melayang-melayang di dalam fluida dasar tersebut karena efek gerak Brown ini. Oleh karena itu kemungkinan terjadinya penyumbatan (clogging) di dalam saluran kecil sekali, lalu selain itu maka abrasi antara fluida dan dinding saluran kecil sekali terjadi.

Untuk dijadikan sebagai fluida alternatif, nanofluida perlu diuji sifat-sifat termalnya, seperti termal konduktivitas, termal difusivitas, lalu viskositasnya dan yang paling penting adalah koefisien perpindahan kalor konveksinya. Selain daripada itu proses pembuatan nanofluida dengan sifat yang baik perlu diteliti lebih lanjut.

## 1.2 Perumusan Masalah

Penelitian sintesis nanofluida dilakukan dengan metode reduksi ukuran partikel *one step process* dari 100 mikron menjadi lebih kecil 100nm didalam media terdispersi air distilasi dengan alat *planetary ball mill*. Menggunakan material  $TiO_2$  karena dari literatur terdahulu partikel ini memiliki sifat konduktifitas termal baik dan mampu direduksi ukuran partikel dengan berbagai metode. Pengamatan yang dilakukan adalah dengan melihat pengaruh besarnya persentasi kadar partikel disetiap pelarut terhadap kestabilan dispersi nanofluida,

dan perbandingan tingkat transfer panas. Untuk kemudian dibandingkan dan dianalisa dari literatur yang menggunakan metode reduksi lain.

### 1.3 Tujuan Penelitian

Penelitian sintesis nanofluida dengan batasan tertentu, bertujuan untuk :

1. Mendapatkan partikel berukuran nanometer (  $<100\text{nm}$  ) menggunakan partikel  $\text{TiO}_2$  dengan menggunakan alat *Planetary Ball Mill*.
2. Mengetahui kemampuan dispersi / tingkat kelarutan material  $\text{TiO}_2$  didalam media air terdistilasi untuk membentuk sebuah fluida nano yang stabil.
3. Mengetahui kadar optimum partikel  $\text{TiO}_2$  didalam pembentukan nanofluida yang mampu terdispersi merata, memiliki sifat kestabilan fluida tinggi, dan kinerja pendinginan tinggi.
4. Mengetahui konsentrasi aktual hasil nanofluida terbentuk menggunakan alat *Planetary Ball Mill*.
5. Mengetahui nilai konduktivitas termal nanofluida  $\text{TiO}_2$  yang terbentuk setelah milling dengan waktu tertentu.

### 1.4 Metodologi Penelitian

Metodologi penelitian digunakan adalah studi kepustakaan tentang sintesis dan karakterisasi nanofluida dari  $\text{TiO}_2$ . Melakukan observasi dan pengamatan langsung proses sintesis *top – down* menggunakan alat *planetary ball mill* dengan variabel persentasi partikel dan waktu milling. Setelah proses sintesis, hasil penelitian diuji untuk mengetahui sifat dan karakter dari setiap variabelnya. Data diperoleh merupakan data primer didapat dari hasil pengujian dilaboratorium dan instansi, untuk kemudian dianalisa perbandingan dengan literatur yang digunakan.

## 1.5 Ruang Lingkup Penelitian

Melihat banyaknya masalah yang akan timbul dalam penelitian ini nantinya, kami membatasi pembahasan tentang nanofluida dengan beberapa variable penting, diantaranya :

- 1) Proses sintesis nanofluida menggunakan metode reduksi ukuran partikel *top - down* dengan alat *planetary ball mill*
- 2) Media pendispersi digunakan adalah air distilasi demineralisasi dengan pH 7.0
- 3) Media terdispersi digunakan adalah  $\text{TiO}_2$  dengan ukuran partikel rerata  $<100\mu\text{m}$
- 4) Menggunakan persentasi volume partikel  $>10\%$  sebelum proses *milling* dengan media pendispersinya. Kemudian diencerkan menjadi persentasi volume 1%, 2%, 3%, 4%, 5%, 6%, 8 %, 10 % guna dilihat kestabilan dan sifat nanofluidanya
- 5) Parameter *milling* digunakan :
  - Vial digunakan adalah *ferritic stainless steel* dengan volume 250ml
  - Bola pereduksi digunakan adalah jenis *corrondum* dengan ukuran 1cm sebanyak 50 buah dan 5mm sebanyak 250 buah
  - Proses reduksi pada kecepatan putar konstan 500rpm
- 6) Pemeriksaan dilakukan :
  - Pengamatan alat secara visual ( stabilitas *milling* )
  - Penghitungan pH sesudah dan sebelum proses reduksi
  - Pelumasan gear guna mengurangi friksi pada alat
  - Waktu tahan nanofluida setelah *milling* dan pengenceran
- 7) Pengujian dilakukan :
  - *Particle Size Analyzer*
  - *Zeta Potensial*

- Konduktivitas termal
- XRD / XRF
- Viskositas dan tegangan geser

## 1.6 Sistematika Penulisan

Penelitian nanofluida ini akan ditulis dengan sistematika penulisan sebagai berikut :

### Bab I *Pendahuluan*

Bab ini terdiri atas latar belakang, perumusan masalah, tujuan penelitian, batasan masalah, dan metodologi penelitian dilakukan.

### Bab II *Dasar Teori*

Pada bab ini akan dijelaskan mengenai literatur yang berkaitan dan mendukung penelitian serta aspek – aspek yang perlu diperhatikan dalam melakukan penelitian nanofluida.

### Bab III *Metodologi Penelitian*

Bab ini memberikan penjelasan mengenai hal – hal yang dilakukan selama penelitian berlangsung, berhubungan dengan proses sintesis dan pengumpulan data serta informasi, preparasi sampel, hingga pengujian – pengujian yang dilakukan.

### Bab IV *Data Penelitian dan Pembahasan*

Data penelitian adalah keseluruhan hasil yang diperoleh berdasarkan penelitian dan pengujian dilakukan.

Bab pembahasan terdiri atas seluruh hasil data percobaan yang didapatkan untuk kemudian dibandingkan dengan literatur sehingga didapatkan suatu analisa

yang dapat menggambarkan sifat - sifat dan karakter dari proses sintesis nanofluida melalui media karbon dan  $\text{TiO}_2$  terdispersi dalam air distilasi dengan menggunakan *planetary ball mill*.

#### Bab V *Kesimpulan*

Secara umum bab ini mencakup rangkuman dari hasil penelitian yang dilakukan serta solusi dan saran yang bisa diberikan untuk meminimalisasi kesalahan guna sebagai acuan untuk penelitian lebih lanjut.



## BAB II

### DASAR TEORI

#### 2.1 Nanofluida

Perkembangan teknologi mutakhir saat ini memudahkan fabrikasi material dalam skala nanometer. Nanopartikel adalah kelas dari material yang memiliki sifat fisika dan sifat kimia unik bila dibandingkan dengan partikel lebih besar pada material sama (skala mikron atau lebih besar). Nanopartikel yang digunakan pada nanofluida telah dikembangkan melalui berbagai material, dan fabrikasi dari partikel nano dapat diklasifikasi menjadi dua kategori, yaitu : proses fisika dan proses kimia.

Beberapa material nano yang telah digunakan dan dikembangkan dalam penggunaan nanofluida adalah keramik oksida ( $Al_2O_3$ , CuO), keramik nitrida (AlN, SiN), keramik karbida (SiC, TiC), logam (Ag, Au, Cu, Fe), semikonduktor ( $TiO_2$ ), *single / double / multi-walled* karbon nanotube (SWCNT, DWCNT, MWCNT), dan material komposit seperti *core-polymer shell composites*. Sebagai tambahan, material baru serta struktur haruslah akraktif dan mampu membentuk suspensi untuk digunakan bersama didalam larutan dan bersatu membentuk sebuah molekul baru.

Partikel nano dari beberapa material seperti dijelaskan sebelumnya telah difabrikasi melalui sintesis kimia ataupun fisika. Tipe dengan metode fisika menggunakan metode penghalusan (*grinding*) dan metode kondensasi dengan teknik gas yang tidak terlarut sebagaimana telah dikembangkan terakhir oleh Granqvist dan Buhrman dari Universitas Cornell<sup>(2)</sup>. Metode kimia untuk produksi partikel nano menggunakan proses presipitasi kimia, deposisi kimiawi (*Chemical Vapour Deposition*), emulsi mikro, *spray pyrolysis*, dan *thermal spraying*. Selain itu metode *sonochemical* juga telah dikembangkan untuk membuat tekanan dari partikel nano besi stabil oleh asam oleic<sup>(3)</sup>.

Partikel nano dari hampir seluruh material umumnya diproduksi dari bentuk serbuk. Dalam keadaan serbuk, partikel nano dapat berdispersi didalam air atau larutan organik membentuk nanofluida untuk aplikasi tertentu. Banyak jenis larutan yang dapat digunakan untuk membentuk nanofluida, untuk aplikasi otomotif *ethylene glycol* dan campuran air lebih banyak digunakan karena memiliki sifat perpindahan panas baik. Beberapa material untuk partikel nano harus memiliki potensial baik untuk aplikasinya.

Nanofluida sendiri diproduksi menggunakan dua teknik<sup>(4)</sup>, yaitu :

1. ***Two-step techniques***. Teknik ini dimulai dengan menggunakan partikel nano yang diproduksi baik oleh proses fisika maupun kimia, dan diproses lebih lanjut untuk mendispersi partikel tersebut ke fluida dasarnya.
2. ***One step techniques***. Teknik ini secara serentak membuat dan mendispersikan nano partikel secara langsung kedalam fluida dasarnya.

Hampir semua nanofluida yang mengandung partikel nano oksida dan nanotubes didapat dari literatur difabrikasi menggunakan *two-step process*.

## 2.2 Proses Fabrikasi

### 2.2.1 *Two-Step Process*

Keuntungan dari *two-step process* teknik didalam komersialisasi nanofluida telah diteliti oleh *Nanopase Technology Corporation* dapat meningkatkan kondensasi gas inert sehingga dapat menjaga produksi jumlah nanofluida<sup>(4)</sup>. Seperti serbuk nano secara ekonomis didalam padatan dapat digunakan untuk membuat nanofluida dengan metode *two-step process* jika masalah aglomerasi dapat ditanggulangi. Membuat nanofluida menggunakan *two-step process* telah dan penting karena tantangan cepatnya aglomerasi sebelum partikel berdispersi dengan sempurna. Aglomerasi ini karena gaya Van Der Waals antar partikel nano sangat atraktif, dan aglomerasi ini harus dijaga sampai semua partikel terdispersi seluruhnya kedalam fluida. Pada kenyataannya, aglomerasi

adalah kendala utama pada teknologi serbuk nano, termasuk pada pembuatan nanofluida ini, dan kunci suksesnya fabrikasi nanofluida dengan sifat transfer panas yang tinggi adalah dengan memproduksi dan mensuspensi di dekat monodispersi atau keadaan non-aglomerasi partikel nano didalam fluida. Halangan dengan penggunaan oksida berpartikel nano adalah membutuhkan konsentrasi volume tinggi bila dibandingkan dengan partikel logam untuk mendapat perubahan perpindahan panas pada nanofluida.

Beberapa perlakuan permukaan pada nanofluida menunjukkan dispersi yang baik di fluida dasar dan memiliki sifat termal baik. Tantangannya adalah untuk mengembangkan secara inovatif nanofluida ini dan memiliki dispersi volume tinggi. Beberapa fluida secara komersil tersedia dalam bentuk larutan tersuspensi dengan partikel-partikel kecil. Suspensi keramik terdapat dalam jumlah besar, fluida magnetik yang mengandung partikel oksida besi banyak dipasaran sejak tahun 1970an. Fluida tersebut juga memiliki masalah sama yaitu aglomerasi dan fabrikasi nanofluida dilaboratorium dengan teknik *two-step process*.

### **2.2.2 One-Step Process**

Untuk nanofluida yang memiliki konduktivitas logam tinggi seperti Cu, teknik *one-step* lebih dianjurkan dari *two-step* untuk mencegah oksidasi partikel dasar. Dengan teknik ini partikel nano terbentuk dan terdispersi pada fluida melalui satu tahapan. Argon internasional telah mengembangkan metode *one-step physical* untuk menciptakan nanofluida. Metode ini meliputi evaporasi secara langsung dan telah digunakan untuk fabrikasi partikel nano Cu yang secara seragam terdispersi pada *ethylene glycol*. Secara teknis kondensasi fasa serbuk nano dari fasa penguapan langsung dilakukan di ruangan vakum ke fluida dasar *ethylene glycol* pada tekanan penguapan rendah. Dispersi yang baik menunjukkan nanofluida Cu pada *ethylene glycol* meningkatkan konduktivitas termal sampai dengan 40% pada konsentrasi volume 0,3%. Hasil didapat menunjukkan peningkatan kinerja nanofluida dari yang telah diteliti sebelumnya. Tahap lain dari

metode tunggal ini adalah sintesis dengan pendepositan partikel nano dengan bunga listrik didalam fluida (*submerged arc nanoparticle synthesis*), proses tersebut digunakan pada partikel nano seperti TiO<sub>2</sub>, CuO, dan Cu. Dengan metode ini, partikel nano diproduksi dari pemanasan material padat dari sebuah elektroda dengan bunga listrik yang menyebar dan dikondensasi langsung kedalam larutan didalam ruang hampa guna membentuk nanofluida.

Tahapan tunggal ini umumnya digunakan untuk penelitian karena hanya dapat menghasilkan naofluida dalam jumlah sedikit, dan sulit untuk dikomersialkan. Alasannya cukup sederhana, yaitu pembentukan nanofluida yang cukup lama dari partikel nanonya dan rerata efisiensi pembentukan nanofluida juga kecil. Karenanya proses tahap tunggal dirasa tidak efektif untuk komersial.

Baru-baru ini, metode kimia dengan tahap tunggal untuk membuat nanofluida Cu berhasil dilakukan<sup>(5)</sup>. Monodispersi dari partikel nano Cu dengan diameter kurang dari 20nm dapat diperoleh dan terdispersi di *ethylene glycol* dengan reduksi garam Cu oleh *sodium hypophospite*. Polyvinylpyrrolidone ditambahkan sebagai polimer pelindung dan penstabil yang menghambat aglomerasi partikel. Nanofluida Cu yang difabrikasi dengan proses kimia tahapan tunggal ini menunjukkan hasil yang sama dengan proses tahap tunggal fisika. Dengan beberapa pengembangan laboratorium Argon juga berhasil memproduksi nanofluida dalam jumlah besar lebih cepat dari tahap tunggal lainnya. Tetapi kekurangannya adalah konsentrasi volume dari partikel nano dan kuantitas nanofluida lebih minimum dari proses dua tahap.

### 2.2.3 Proses Lain

Walaupun umumnya nanofluida difabrikasi dengan dua metode diatas, teknik lain juga tersedia tergantung dari kombinasi material berpartikel nano dan fluidanya. Contoh, partikel nano dengan geometri khusus, kepadatan khusus, porositas, nilai produksi tinggi, dan sifat kimia permukaan khusus dapat diproduksi dengan deposisi elektrolisis logam, templating, pembuatan lapis per lapis, pengeringan mikrodoplet, dan teknik koloid kimia lainnya. Proses lain seperti CVD ditawarkan karena memiliki keunggulan dalam pengontrolan ukuran

partikel, mudah penskalaannya, dan kemungkinan fabrikasi struktur nano novel core-shell<sup>(6)</sup>. Teknik lainnya juga kontrol bentuk dan besar dari sintesis partikel nano pada temperatur ruang<sup>(7)</sup>. Karakteristik struktur dari partikel nano seperti ukuran partikel, besar distribusi partikel, dan bentuknya sangat dipengaruhi oleh proses fabrikasinya, dan secara potensial sangat baik untuk pengontrolan. Karakteristik sangat sulit dinilai karena variasi dari proses juga sangat beragam sehingga untuk penilaian hasil penelitian butuh dilakukan karakterisasi nanofluida didapat.

### **2.3 Faktor – faktor yang mempengaruhi sintesis nanofluida**

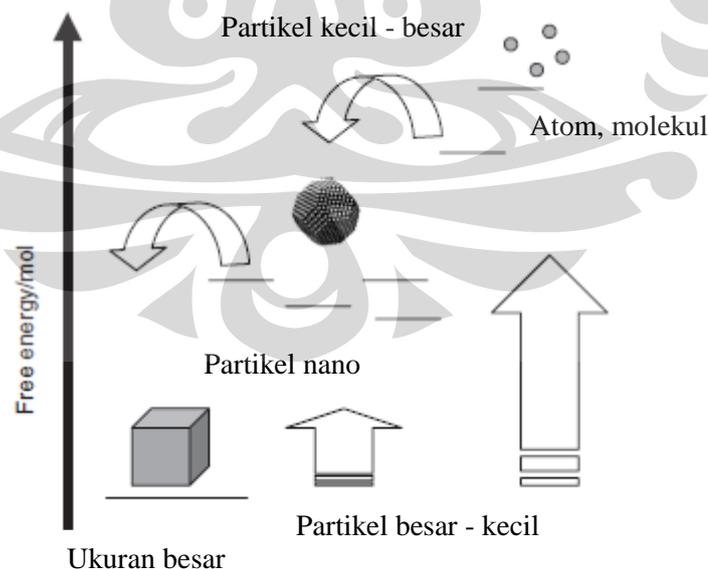
Beberapa faktor penting yang menarik untuk diperhatikan ketika proses sintesis adalah<sup>(8)</sup> : (1) stabilitas termal, (2) kemampuan berdispersi didalam media pendispersi, dan (3) sifat mampu manipulasi disetiap kompatibilitas kimia. Setiap faktor akan didiskusikan dengan detail lebih lanjut. Yang harus dicatat adalah beberapa faktor secara langsung memiliki hubungan satu dan lainnya.

#### **2.3.1 Stabilitas Termal**

Partikel nano terdapat dalam keadaan metastabil. Artinya partikel ini akan bertransformasi menuju kestabilannya yang memiliki energi minimal terhadap keadaan energi bebasnya. Jika plot dari energi bebas masuk kedalam sejumlah material (dari sudut pandang energi bebas secara luas), nanopartikel didapat memiliki energi lebih tinggi dari material dengan ukuran lebih besar, walaupun diketahui struktur nano memiliki energi minimal jika dibandingkan dengan struktur lain. Pada batas partikel kecil yang ekstrim, energi minimal ini berhubungan dengan kestabilan struktur elektronik. Seperti partikel akan membentuk aglomerasi. Untuk mengisolasi atom dan molekul, total energi lebih besar dari partikel pada ukuran umumnya. Partikel nano merupakan keadaan dimana energi berada diantara keadaan stabil dan skala molekul / atom tidak stabil. Memungkinkan terjadinya perubahan menjadi keadaan lain karena pengaruh fisika atau kimia.

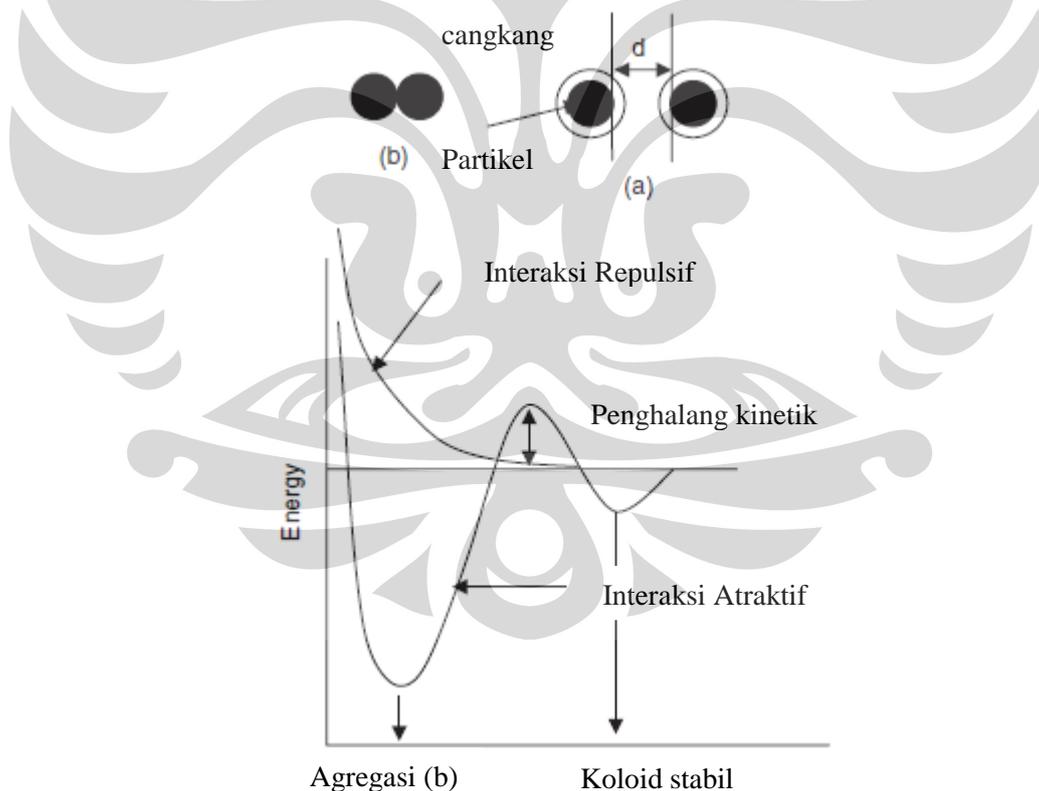
Pada ukuran kurang dari 100nm, partikel nano cenderung membentuk struktur *cluster* yang berkumpul satu dan lainnya. Setiap *cluster* memiliki struktur isomerik sendiri, dan salah satunya akan lebih stabil dari lainnya. Besar struktur yang bervariasi akan memberikan sifat tidak serupa, ketika sudah membentuk ukuran lebih besar seperti pada kasus nanorod dan nanopartikel akan mengubah sifat elektronik dasarnya. Metode sintesis banyak dikembangkan untuk meningkatkan sifat seperti pada beberapa logam dan keramik.

Seperti terlihat pada gambar 2.1, transformasi dari satu bentuk ke bentuk lain sangat memungkinkan. Walaupun transformasi tersebut dari skala atom, molekul, dan nanopartikel menjadi lebih besar terjadi secara spontan, sehingga kestabilan pada skala nano sangat perlu dikontrol secara spesifik. Jika ditelaah lebih jauh, nanopartikel akan mengalami gaya antar partikel dan akan mengalami agregasi. Dalam keadaan agregasi partikel akan mempertahankan ukurannya, tetapi akan mengubah sifat permukaan karena interaksi antar partikel. Aglomerasi juga dikenal sebagai koagulasi, dimana pada kasus tertentu partikel distabilkan oleh sifat elektrik karena terbentuknya lapisan. Interaksi antar partikel juga dapat menghasilkan *coalescence* partikel, merupakan penggabungan material yang menghasilkan partikel besar permanen.



**Gambar 2.1** Nanopartikel adalah sebuah sistem metasabil, dengan energi antara atom, molekul, dan ukuran normal. Dibedakan tergantung dari tipe nanopartikel energi, dan setiap nanopartikel mencari kestabilan dengan berubah ukuran menjadi lebih besar <sup>(8)</sup>.

Interaksi antar dua partikel nano merupakan efek dari gaya elektrostatis atau gaya van der Waals pada jarak  $d$  karena adanya perbedaan kestabilan molekul. Umumnya ada dua interaksi dominan, terutama pada pelarut dielektrik seperti air. Yang mana gaya elektrostatis antar partikel mengikat satu dan yang lainnya. Gaya van der Waals juga mengikat inti partikel agar tidak berjauhan. Hasilnya energi menjadi minimal, seperti diperlihatkan pada gambar 2.2. Gaya van der Waals ini cukup stabil dan susah untuk dipisahkan, pada umumnya untuk mencegah hal tersebut digunakan partikel penyelimut yang dapat melindungi permukaan. Sifat partikel penyelimut ini berbeda untuk setiap molekul tergantung dari molekul dipakai. Prinsip kerjanya adalah dengan menjadi penghalang pada jarak dekat dari dominasi gaya van der Waals sekitar partikel. Jika besar penghalang ini lebih besar dari energi termalnya ( $kT$ ), secara kinetik sistem akan stabil. Seperti didapat dari berbagai literatur, penghalang semakin optimum dengan meningkatnya temperatur.



**Gambar 2.2** Stabilitas kinetik dari sistem nanopartikel. Sebagai penghalang interaksi gaya van der Waals lebih tinggi dari energi termalnya, maka cenderung stabil. Ketika penghalang ini tidak ada maka partikel akan mengalami agregasi atau penyatuan<sup>(8)</sup>.

Perlu diperhatikan bahwa lapisan pelindung ini stabil dalam kondisi normal terutama pada aplikasi nanofluida yang tidak mengalami perubahan temperatur dan tekanan yang signifikan. Pengaruh struktural, elektrik, atau magnetik transisi akan mempengaruhi kestabilan. Secara molekular, struktur pelindung akan ikut bertransformasi dengan orientasi relatif dari ikatan dalam molekulnya.

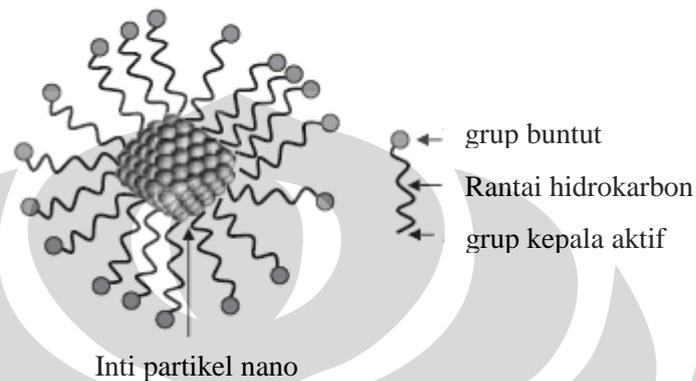
Pada banyak kasus dijelaskan, kestabilan berhubungan dengan kestabilan kinetik, partikel dengan spesifik struktur dan bentuk. Contoh nanopartikel dari Au<sub>55</sub> stabil dengan sejumlah ligan dengan kuantitas medium atau pada keadaan solid statenya. Kondisi tertentu akan mengubah kestabilan ini. Sel micelles dengan bentuk tertentu akan bertransformasi ke bentuk lamellar atau fasa *liquid – crystalline* dan cenderung stabil<sup>(8)</sup>.

### 2.3.2 Kemampuan berdispersi dalam media pendispersi

Nanopartikel terdiri dari dua bagian : inti, umumnya keramik, metalik, atau polimer, dan dinding tipis, yang memiliki ikatan ionik, molekular, polimer, atau metalik. Secara prinsip sifat dari nanopartikel tergantung dari inti dan lapisan pelindung. Inti dan pelapis bisa memiliki beberapa struktur dan dapat terdiri lebih dari satu kuantitas. Kelarutan partikel nano ditentukan oleh sifat kimia pelapis. Kelarutan tergantung dari efek dispersi untuk pembentukan fluida dapat dilakukan dengan mekanisme fisika seperti pemutaran (*centrifugation*).

Molekul pelindung memiliki karakteristik berupa afinitas kimia terhadap inti nanopartikel, tergantung dari spesifikasi atom atau grupnya. Sebagai contoh, pada kasus partikel nano oksida, logam pada permukaan dapat berikatan dengan alkoksida ( -OR, dimana R adalah alkil ). Pada logam seperti emas logam dapat berikatan dengan atom sulfur dari *thiolate* ( -SR ). Ikatan yang hadir pada permukaan nanopartikel disebut “ lapisan protektif atau lapisan penyelimut”. Nanopartikel yang berikatan membentuk hal diatas biasa disebut dengan nanopartikel protektif. Sulfur pada -SR adalah kepala yang aktif, berikatan dengan permukaan nanopartikel sesuai dengan afinitas kimianya. Ikatan kimia terbentuk memberikan stabilitas termal pada sistem nanopartikel ini.

Kelemahannya adalah lebih mudah terserap dipermukaan, dan partikel nano jadi kurang stabil. Ikatan Au-S memiliki kekuatan  $50 \text{ kcal mol}^{-1}$ , dan thiolate akan terserap dipermukaan sekitar suhu  $270^\circ\text{C}$ . Oleh karenanya, ikatan di ujung logam aktif merupakan parameter penting dalam penjagaan stabilitas termal sistem nano.



**Gambar 2.3** Skema dari sebuah nanopartikel, memperlihatkan inti dan cangkang pelindung. Tidak seperti diperlihatkan disini, inti tidak harus berupa atom seagam tetapi dapat gabungan dari beberapa atom. Rantai pelindung hidrokarbon sangat mungkin panjang, seperti dipolimer, atau sama sekali tidak ada<sup>(8)</sup>.

Inti partikel nano terdiri dari ribuan atom. 3nm partikel emas memiliki kurang lebih 1100 atom, tergantung nanopartikel membentuk bidang. Pada prinsipnya partikel ini berada pada permukaan luar tergantung dari arah kristalografinya ( diasumsikan kubus dengan sudut tereliminasi ). Pada arah ini grup kepala melindungi molekul dilokasi tertentu. Diatur oleh ketersediaan ruang, kepadatan, dan gaya van der Waals pada diameter molekul. Jika kehadiran monolayer terjadi pada arah kristalografi, rantai alkil akan terbentuk akan pendek dan interaksi semakin kuat pada jarak pendek. Hal ini akan memberikan kestabilan pada sebuah sistem. Untuk menghalangi interaksi kepala nanopartikel maka monolayer diproduksi dengan rantai yang panjang, maka ion dan molekul menjadi tidak terakses pada jarak tersebut. Keadaan ini memberikan kestabilan kimia untuk inti nanopartikel. Kekuatan interaksi van der Waals meningkat dengan bertambah panjangnya rantai. Ikatan kimia pada rantai diketahui lebih tinggi kestabilan kimianya dari inti nanopartikel itu sendiri.

Grup buntut akan berinteraksi dengan pelarut, menghasilkan dispersi ketika dilakukan pengerjaan pada nanopartikel. Sehingga untuk membuat nanopartikel terlarut didalam air perlindungan hidrofilik dibutuhkan. Karena kalau buntut berada dalam kondisi hidrofobik nanopartikel tidak akan bisa terdispersi pada media organik, seperti pada toluene. Dengan variasi polaritas pada buntut, sangat memungkinkan didapat sistem terdispersi pada pelarut dengan variasi elektrik konstan. Hidrofilik monolayer, cangkang pelindung memiliki  $-\text{COOH}$  atau  $-\text{NH}_2$ , yang mungkin terionisasi menjadi  $-\text{COO}^-$  atau  $\text{NH}_3^+$ , yang mungkin akan bermuatan negatif atau positif per rantai monolayer terhadap permukaan logam. Karena partikel nano terdiri dari beberapa lapisan yang berbeda muatan, nanopartikel juga mungkin memiliki dua muatan dalam satu partikel.

Seperti dijelaskan diatas, kehadiran cangkang pelindung pada permukaan partikel nano dapat bukan berupa molekul. Pada beberapa kasus cangkang hadir pada permukaan nanopartikel, seperti nanopartikel silika, dipermukaan hadir grup hidroksil dan partikel sangat mudah terlarut didalam air. Tetapi lapisan hidrokarbon akan mudah terlarut dalam pelarut organik. Partikel nano emas dapat membentuk hidrofilik dan hidrofobik pada saat bersamaan. Nanopartikel Cu, cangkang dapat dengan mudah teroksidasi sehingga membentuk cangkang pelindung oksida, terutama ketika partikel ini terbuka bebas diudara.

Penting untuk diketahui untuk kestabilan termal, nanopartikel distabilkan oleh dispersan dan aktivator<sup>(8)</sup> seperti asam laurat  $[\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{10}\text{COO-X}]$  dan asam oleik  $[\text{CH}_3(\text{CH}_2)_7\text{CH}=\text{CH}(\text{CH}_2)_7\text{COOH}]$ . Tujuan dari improvisasi ini adalah penstabilan naopartikel pada media pendispersinya, seperti di oli, air, dan etilen glikol. Sehingga didapat kestabilan baik dan tidak mudah berubah kestabilan. Struktur inti- cangkang pelindung dari sistem nanopartikel tidak terbatas untuk partikel bulat saja. Hal serupa juga dapat ditemukan pada nanorods, nanotubes, dan nanoshells, dimana kompatibilitas kimia cangkang pelindung hadir disekitar nanosistem dan memudahkan untuk menjadi sebuah larutan, lingkungan biologis, dan lain-lain.

### 2.3.3 Sifat mampu manipulasi disetiap kompatibilitas kimia

Ukuran, bentuk, dan sifat nanopartikel tergantung dari kondisi sintesis, sangat berhubungan dengan ukuran inti dan penggunaan untuk aplikasi. Hal ini sangat diharapkan untuk sebuah sistem yang metastabil. Secara kinetik nanopartikel terperangkap dalam energi bebas minimalnya, dan parameter sintesis sangat krusial untuk penentuan hasil. Maka untuk membuat ukuran inti, sangat penting untuk menggunakan metodologi terpercaya. Terkadang ukuran, bentuk, dan sifat partikel nano menyebabkan keterbatasan terhadap keadaptifan dari sistem terhadap beberapa kondisi dan kimianya. Sebagai contoh, jika sistem sensitif terhadap penambahan kimia karena inti atau cangkang pelindungnya maka modifikasi akan mudah dilakukan karena sifat kimia sedikit mempengaruhi terhadap cangkang pelindung dan tidak bereaksi terhadap kimia itu sendiri. Hal ini berarti cangkang harus dimanipulasi kembali setelah sintesis berlangsung, sehingga kita dapat memilih cangkang yang digunakan memiliki sifat kimia yang seperti apa dan memungkinkan untuk difungsionalisasikan.

Kemampuan larut dapat ditingkatkan dengan perubahan lapisan dengan operasi fotosintesis menggunakan prinsip perubahan ligan. Ligan akan tersubstitusi dengan monolayer lain dalam keadaan tertentu. Proses fotosintesis harus berada dalam kondisi stabil antara molekul yang diserap dan keadaan bebasnya, dengan mengulangi proses ini untuk beberapa waktu, perubahan sempurna akan didapat.

Manipulasi kimia dari monolayer dapat dilakukan hanya jika struktur kimia molekul sederhana. Jika lapisan monolayer terganggu, maka potensial untuk terjadinya perubahan fotosintesis semakin tinggi. Contohnya lapisan monolayer dapat terpolimerisasi atau dapat berupa matrik polimer dengan mengganggu dan menerima perubahan. Sistem nano dapat dimanipulasi untuk terperangkap dalam sebuah rongga dari molekul lain yang lebih besar, seperti pada *dendrimers* dan *cyclodextrins*.

## 2.4 Karakterisasi Hasil Sintesis Nanofluida

### 2.4.1 *Transmission Electron Microscopy*

Pembentukan nanopartikel sangat efektif bila kita telaah dari *transmission electron microscopy* ( TEM ), yang mana memberikan dua informasi penting pada sangat pengujian. Pertama bisa diketahui tingkat pendistribusian partikel yang biasa didefinisikan sebagai hasil rerata diameter terhadap standard deviasinya. Keduanya tidaklah dihitung secara sangat presisi pada banyak percobaan, tetapi histogram dari distribusi haruslah ditampilkan dengan *TE micrograph*. Informasi kedua adalah kristalinitas dari sebuah sampel, didapat melalui difraksi elektron atau nanodifraksi. Informasi lebih detail mengenai bentuk partikel, transisi fasa, dua dan tiga order dimensi, pengecekan in-situ nano, dan evaluasi sifat lain juga dapat menggunakan TEM ini<sup>(9)</sup>.

### 2.4.2 *X-Ray Diffraction*

XRD merupakan alat penting yang tidak bisa dilepaskan untuk mempelajari dan mengetahui sifat dari material hasil sintesis. Logam memiliki struktur Kristal sederhana dan konsekuensinya memiliki pola difraksi sedikit mendekati puncak. Garis difraksi normal terbatas tergantung lebarnya, karena beberapa faktor, termasuk keterbatasan lebar garis sumber tereksitasi dan ketidaksempurnaan pada geometri pemfokusan. Kondisi sudut pengambilan ( $n\lambda = 2d \sin \Theta$ ) terjadi ketika setiap bidang pada kristal berdifraksi dengan sempurna oleh satu panjang gelombang setelahnya dari bidang sebelumnya. Ketika sinar-X berada pada sudut yang lebih besar ( $\Theta_1$ ) dari sudut difraksi ( $\Theta_2$ ), keterlambatan fasa akan lebih besar dari panjang gelombang  $\lambda$  dan menjadi  $\lambda + \delta \lambda$ . Maka jumlah dari bidang menjadi  $j + 1$ , maka kumulatif fasa tertinggal,  $\sum \delta \lambda$ , akan meningkat menjadi  $\lambda/2$ , ( contoh  $j \delta \lambda = \lambda/2$  ). Untuk kondisi sinar yang lebih besar dari sudut  $\Theta_1$ , sinar difraksi dari bidang 1 dan bidang  $j + 1$  adalah  $180^\circ$  keluar dari fasanya. Hasilnya tidak akan terdeskripsikan intensitas sinar difraksi pada sudut ini. Catatan penting bahwa kita memiliki beberapa bidang pada kristalin, dan sinar akan terdifraksi dari bidang 1 melalui  $j$  secara langsung terhalang oleh bidang  $j + 1$  melalui  $2j$ , jika  $2j$  bidang yang dapat hadir pada kristalin. Sehingga intensitas

dari difraksi tembakan akan jatuh pada sudut *finite* nol, dengan puncak maksimum. Harus diingat bahwa ada perbedaan fasa,  $\lambda - \delta\lambda$ , yang terjadi pada sudut  $\Theta_2$  lebih kecil dari  $\Theta$ . Kedalaman puncak difraksi oleh karenanya ditentukan dengan jumlah bidang yang hadir dikristalin. Untuk kristalin yang lebih besar,  $j$  misalnya,  $\delta\lambda$  akan kecil, dan kedalaman akan diabaikan. Efek dari ukuran partikel, terlihat pada garis difraksi mengindikasikan kedalaman puncak dari sampel, diberikan oleh formula *Scherrer* :

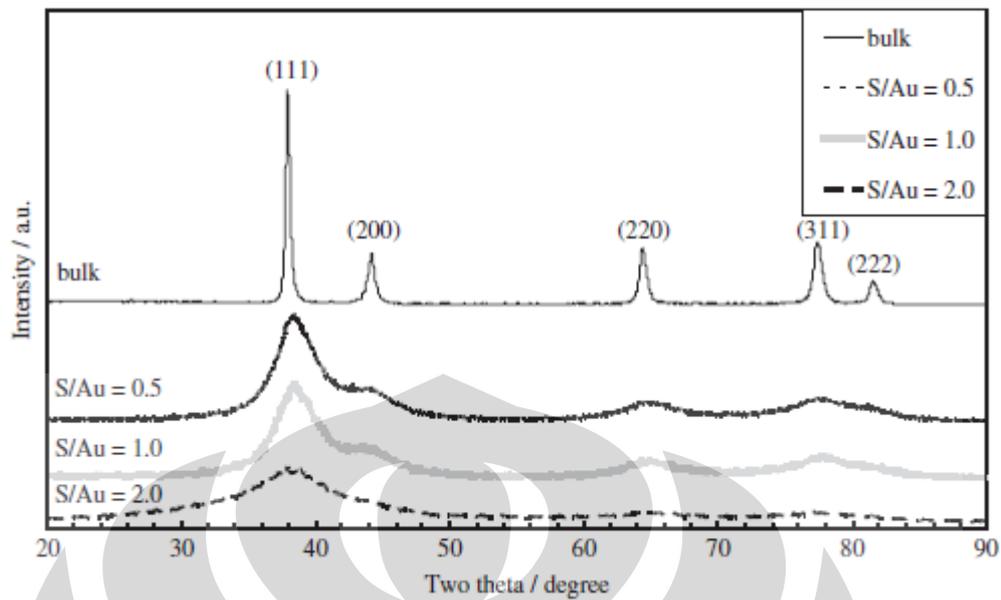
$$t = 0.9\lambda / (B \cos \Theta), \quad \dots\dots\dots$$

dimana  $t$  adalah ketebalan dari kristalin ( dalam Amstrong ),  $\Theta$  adalah sudut elevasi,  $B$  adalah garis perluasan, mengindikasikan puncak kedalaman dari sampel bila dibandingkan dengan dengan standardnya, dihitung menggunakan formula *Warren* :

$$B^2 = B_M^2 - B_S^2 \quad \dots\dots\dots$$

Dimana  $M$  dan  $S$  ditunjukan kepada standard karakterisasi specimen, dan  $B$ 's dihitung dalam radian diketinggian setengahnya. Puncak antara sampel dengan standard seharusnya serupa satu dan lainnya

Ukuran sampai dengan 200nm dapat dihitung menggunakan formula *Scherrer*. Pada luas permukaan interval 5 – 50nm mudah untuk ditentukan. Pada gambar 2.4 ditunjukkan sinar-X diffraktografi dari beberapa partikel emas dengan radiasi  $CuK\alpha$ . Spektrum standard dari patikel emas berukuran lebih besar ditunjukkan sebagai pembanding. Kesimpulannya bahwa pada partikel yang berukuran lebih besar lebih mudah ditentukan puncak dari diagram dan semakin kecil ukuran partikel maka semakin kecil pula puncak terlihat. Untuk partikel berukuran lebih kecil sudut elevasi digunakan juga lebih kecil agar mudah ditentukan.



**Gambar 2.4** Variasi pada difraktografi sinar-X pada nanopartikel emas sebagai fungsi dari dimensinya dibandingkan dengan serbuk Au ukuran lebih besar. Sampel nanopartikel emas ini dilindungi oleh asam mercaptosuccinic dan rasio S/Au hasil sintesis dapat terlihat dimensinya. Perbandingan dimensi adalah : 4nm, 1nm, 3nm, 2nm, dan 0,5nm<sup>(8)</sup>.

Perlu dicatat bahwa pola serbuk lebih luas sebagai hasil dari tegangan yang hadir dimaterial. Karena tekanan dan tegangan seragam, d akan menurun dan puncak terdapat pada sudut lebih besar. Jika tekanan tidak seragam melalui kristalnya, puncak tidak tajam dan cenderung lebar.

### 2.4.3 Zeta Potensial

Karena memiliki karakteristik bipolar dan atribut ionik, partikel koloid ( termasuk nanofluida ) terlarut didalam pelarut memiliki muatan elektrik. Sebagai contoh permukaan koloid mungkin membentuk grup yang terionisasi. Hal ini menyebabkan muatan elektrik pada permukaan dapat menyebabkan akumulasi muatan yang berlawanan jenis berada disekitar permukaan tadi. Menghasilkan elektikal *double layer*. Difusi atau pergerakan dari double layer ini tergantung dari perbedaan polaritas ion yang terjadi pada fasa liquid. Lapisan ganda memiliki dua bagian, daerah dalam yang memiliki ikatan ion relatif kuat terhadap permukaan, dan daerah difusi dimana distribusi ion ditentukan oleh keseimbangan gaya elektrostatis pada pergerakan di temperatur acak. Ketika diberikan muatan

elektrik, partikel akan berinteraksi dengan elektroda, tergantung dari polaritas partikel. Potensial yang tercatat ketika bagian dari lapisan ganda melewati elektroda disebut *zeta* atau *electrokinetic potential*. Dapat juga didefinisikan sebagai potensial pada bidang geser dari partikel ketika bergerak didalam media.

Zeta potensial ditentukan oleh beberapa parameter seperti muatan permukaan, ion yang diserap pada permukaan, dan komposisi sekitar medianya. Muatan murni disekitar media tergantung dari muatan partikel dan penstabil. Zeta potensial adalah indeks interaksi anantara partikel. Dideskripsikan dengan formula *Smoluchowski* :

$$\zeta = \frac{4\pi\eta}{\epsilon} \times U \times 300 \times 300 \times 1000 \dots\dots\dots$$

Z = zeta potensial dalam mV

$\epsilon$  = dielektrik konstan dalam media

$\eta$  = viskositas larutan  
( $\nu$ /V/L)

U = mobilitas *electrophoretic*

Perhitungan zeta potensial menembus stabilitas koloid dan larutan nanopartikel. Jika semua larutan dalam sebuah suspensi memiliki kuantitas besar baik positif maupun negatif nilai zeta, akan terjadi penolakan satu dengan lainnya dan tidak ada tendensi untuk berinteraksi. Tetapi jika partikel memiliki zeta potensial rendah maka tidak ada gaya untuk mencegah partikel dari penyatuan kembali. Hasil rerata stabilitas dari sebuah sistem koloid nanopartikel dalam zeta potensial adalah  $\pm 30$ mV. Lebih tinggi nilai zeta potensial, maka semakin stabil pula sistem koloid. Nilai zeta potensial sangat dipengaruhi secara primer oleh tingkat keasaman ( pH ).

Secara manual zeta potensial dihitung menggunakan *micro electrophoresis method*. Teknik ini menggunakan dasar penyebaran sinar oleh partikel. Dalam kasus larutan nanopartikel, sebenarnya *microelectrophoresis* kurang ideal karena efek Doppler menyebarkan sinar dari partikelnya. Metode terbaru untuk mengukur zeta potensial adalah *electroacoustic methods* yang mengukur berdasarkan sifat elektrokinetik partikel. Metode ini diaplikasikan dengan mengukur tingginya

frekuensi muatan listrik partikel terhadap pergerakan *electrophoretic* partikel. Menghasilkan gelombang alternatif dengan perbedaan kepadatan antara partikel dan medianya. Kecepatan dari partikel diukur menggunakan *laser Doppler electrophoresis*. Dan kecepatan ini dikonversi menjadi nilai zeta potensial menggunakan perhitungan *Henry's* :

$$U = \frac{2\varepsilon z f(ka)}{3\eta} \dots\dots\dots$$

$\varepsilon$  = konstan dielektrik

$z$  = zeta potensial

$\eta$  = viskositas

$f(ka)$  fungsi Henry's

Nilai  $f(ka)$  umumnya diasumsikan 1,5 ( perhitungan *Smoluchowski's* ) untuk media larutan dan dianggap 1 ( perhitungan *Huckel* ) untuk partikel kecil di media non larutan. Teknik zeta potensial ini tidak menggambarkan sifat kimia dari nanopartikel sistem.

## 2.5 Konduktivitas Termal

Ketahanan transfer panas dari fluida yang mengalir dideskripsikan oleh *Nusselt number*, yang berhubungan dengan konduktivitas termal secara langsung dan tidak langsung dengan ketetapan *Prandtl number*. Oleh karenanya ketahanan transfer panas dari suatu sistem nanofluida sangat bergantung dengan termal konduktivitasnya. Sebagai rujukan data, penjelasan dibawah tentang perbandingan grafik akan disajikan guna mendeskripsikan tujuan transfer panas hasil studi pendekatan untuk aplikasi otomotif.

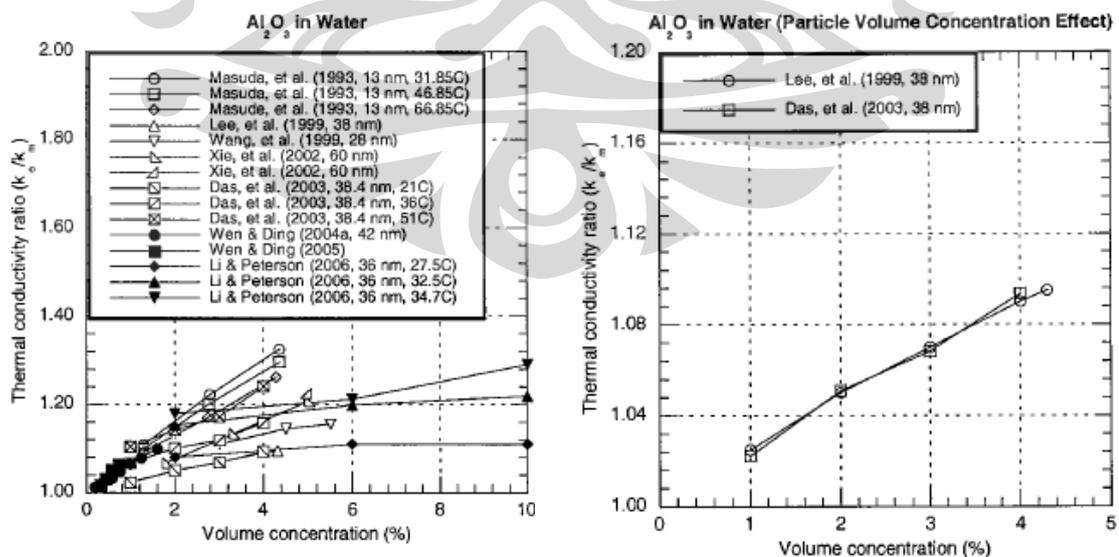
Dalam perhitungan literatur keteknikan, data terkumpul hasil penelitian bertahun – tahun akan disajikan sebagai landasan teori. Rasio perubahan konduktivitas termal didefinisikan sebagai rasio konduktivitas termal nanofluida terhadap termal konduktivitas fluida dasarnya. Persen perubahan dari konduktivitas termal adalah hubungan antara konduktivitas termal awal, koefisien

transfer panas, dan *Nusselt Number*. Perubahan persentase didapat dari perbedaan nilai tersebut.

Ada delapan parameter yang mempengaruhi perubahan konduktivitas termal dari sebuah sistem nanofluida. Adalah : (1) Volume konsentrasi partikel, (2) Jenis partikel / material, (3) Ukuran partikel, (4) Bentuk partikel, (5) Fluida dasar, (6) temperatur, (7) Penambahan additif, (8) Tingkat keasaman / pH. Setiap poin diatas akan dibahas lebih lanjut dengan penyajian data sebagai ukuran parameter dari setiap penelitian.

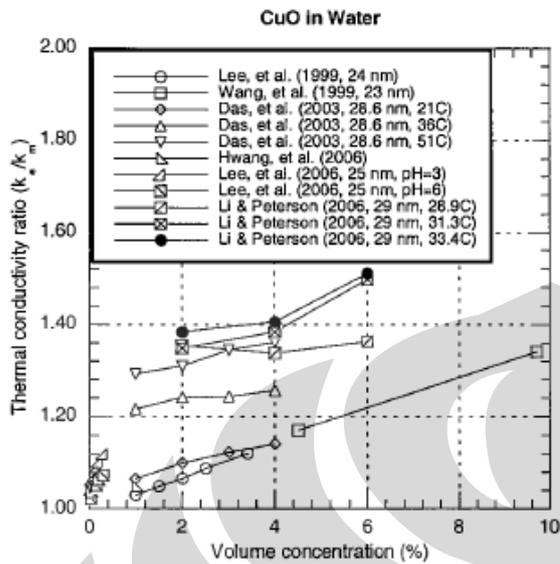
### 2.5.1 Pengaruh Volume Konsentrasi Partikel

Pengaruh dari jumlah konsentrasi partikel terhadap perubahan konduktivitas termal sebuah sistem nanofluida dapat dilihat pada gambar 2.5, dimana ada tujuh percobaan terhadap  $\text{Al}_2\text{O}_3$  didalam air. Ukuran partikel dan temperatur juga dijadikan variasi, maka dapat diambil kesimpulan bahwa konduktivitas termal akan meningkat dengan meningkatnya volume konsentrasi partikel. Volume partikel oksida biasanya normal antara 4 – 5% untuk menjaga pertambahan viskositas. Pada gambar 2.6 dapat kita lihat perbandingan konduktivitas termal dua percobaan dengan material dan parameter sama memiliki keidentikan satu dengan yang lainnya. Dapat disimpulkan teori pendukung sudahlah akurat disetiap percobaan.

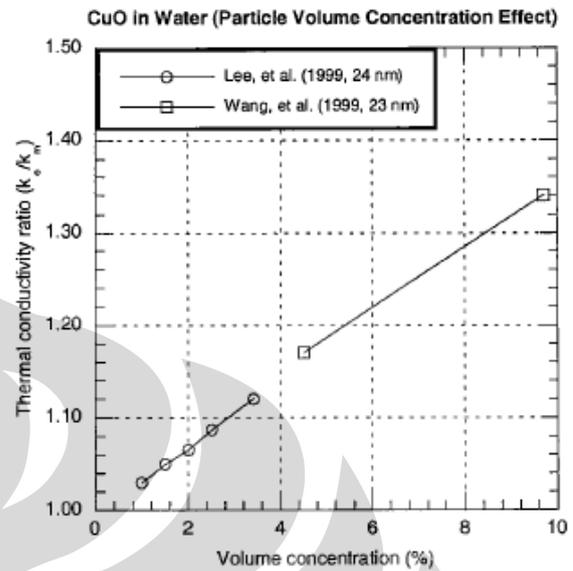


**Gambar 2.5** Perubahan termal konduktivitas  $\text{Al}_2\text{O}_3$  didalam air<sup>(7)</sup>

**Gambar 2.6** Perbandingan perubahan termal konduktivitas dari hasil dua penelitian yang memiliki variabel sama<sup>(7)</sup>



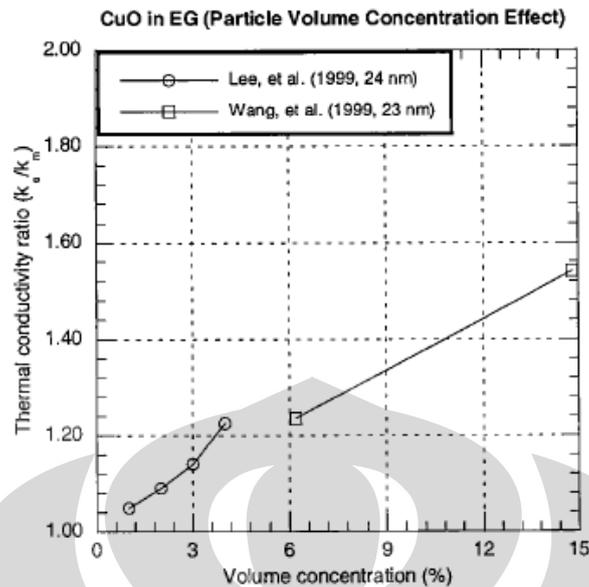
**Gambar 2.7** Perubahan termal konduktivitas CuO didalam media pendispersi air<sup>(7)</sup>



**Gambar 2.8** Pengaruh volume konsentrasi partikel terhadap konduktivitas termal dua penelitian di rentang yang berbeda<sup>(7)</sup>

Hasil perubahan konduktivitas termal juga dapat dilihat pada gambar 2.7 dari berbagai penelitian yang pernah dilakukan. Dapat dilihat perbedaan ukuran partikel dan temperatur juga meningkatkan konduktivitas termalnya. Gambar 2.8 menunjukkan kenaikan yang konstan terhadap konduktivitas termal oleh dua penelitian berbeda dengan variabel temperatur dan konsentrasi sama.

Pengaruh volume konsentrasi partikel dalam etilen glikol sebagai fluida dasar dapat kita lihat pada gambar 2.9. Menunjukkan peningkatan konduktivitas termal dengan semakin bertambahnya konsentrasi partikel. Data didapat merupakan perbandingan beberapa penelitian. Sebagai kesimpulan dapat ditunjukkan bahwa semakin tinggi volume konsentrasi partikel, maka viskositas nanofluida akan meningkat dan menyebabkan adanya penyerapan panas yang baik oleh partikel.

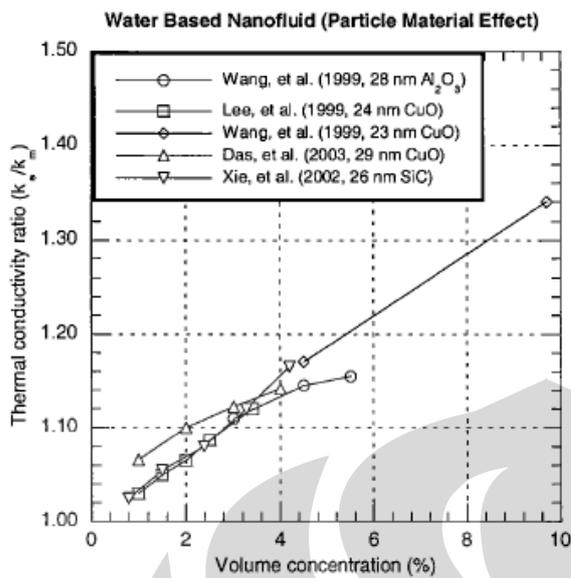


**Gambar 2.9** Nilai konduktivitas termal CuO didalam fluida etilen glikol. Literatur dari dua penelitian yang ada menunjukkan peningkatan signifikan dengan meningkatnya volume partikel<sup>(7)</sup>

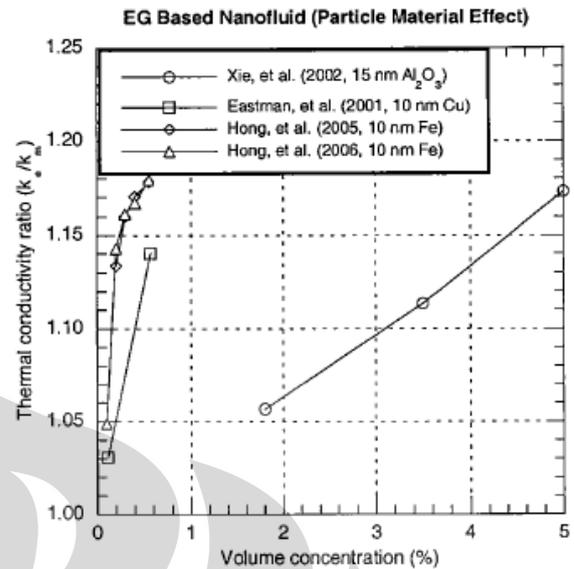
### 2.5.2 Pengaruh Jenis Partikel

Pengaruh jenis partikel material terhadap perubahan konduktivitas termal dideskripsikan oleh gambar 2.10 untuk dua partikel oksida dan silikon karbida didalam air. Variabel digunakan kurang lebih konstan, mengisolasi material dari hal yang tidak diinginkan. Seperti terlihat jenis partikel oksida secara signifikan tidak mempengaruhi terhadap perubahan rendahnya konduktivitas termal partikel.

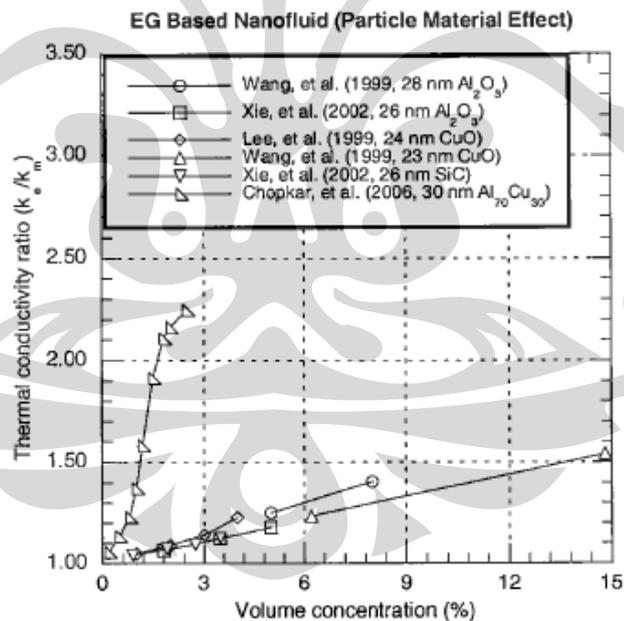
Hasil cukup signifikan dapat dilihat pada gambar 2.11 dimana perbandingan antara dua partikel logam dengan oksida diuji konduktivitas termal. Seperti terlihat partikel logam memberikan nilai konduktivitas termal serupa dengan oksida dengan konsentrasi volume lebih rendah. Hal ini diduga karena partikel logam lebih tinggi nilai konduktivitasnya ketika mulai terbentuknya partikel nano. Sangat sulit memproduksi partikel nano logam tanpa adanya oksidasi, sehingga metode *one step process* digunakan untuk mensintesis.



**Gambar 2.10** Pengaruh Jenis partikel oksida terhadap konduktivitas termal didalam media pendispersi air<sup>(7)</sup>.



**Gambar 2.11** Perbedaan nilai konduktivitas termal partikel logam dan oksida dalam media pendispersi etilen glikol<sup>(7)</sup>.



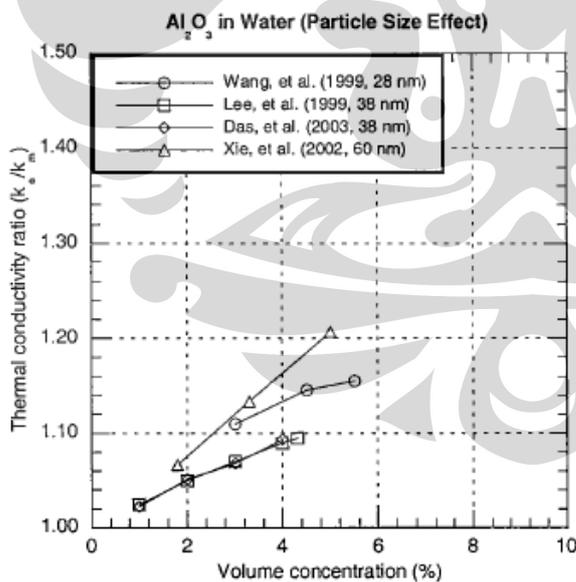
**Gambar 2.12** Perbandingan konduktivitas termal logam, oksida, dan karbida didalam pelarut etilen glikol<sup>(7)</sup>.

Gambar 2.11 menunjukkan rasio konduktivitas termal semakin tinggi lebih jauh untuk partikel logam daripada partikel oksida. Untuk mengetahui seberapa efektifkah volumenya dapat dilihat pada gambar 2.12. Perbandingan antara logam,

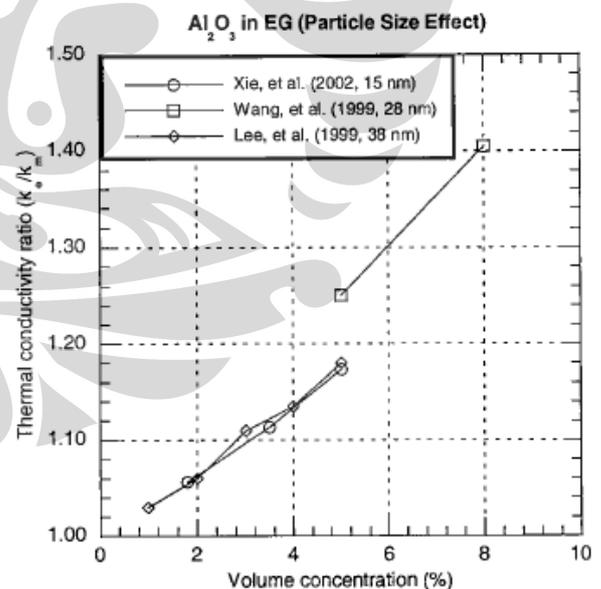
oksida, dan karbida menunjukkan pada volume 2,5% Cu memberikan konduktivitas termal sangat baik. Terlihat jelas hasil diberikan sangat efektif bila dibandingkan dengan partikel non-logam. Tetapi penghalang sintesis nanofluida logam adalah sifat oksidasi material sehingga masih sulit mensintesis nanofluida logam dengan cara yang tidak mutakhir.

### 2.5.3 Pengaruh Ukuran Partikel

Data pembahasan dalam bab ini hanya dari nanofluida dengan bentuk bulat / bola. Pada gambar 2.13 terlihat perbedaan nilai konduktivitas termal diameter partikel antara 28 samapi dengan 60nm, dengan trend yang tidak monoton. Terlihat untuk ukuran 60nm memiliki nilai konduktivitas tinggi. Dari data tersebut, semakin kecil ukuran partikel semakin kecil pula tingkat konduktivitas termalnya. Tetapi untuk hasil 28nm berada diantara partikel lebih besar. Oleh karenanya tidak dapat disimpulkan dengan mengecilnya ukuran butir maka akan menurunkan konduktivitas termalnya. Perlu penelitian lebih lanjut untuk mengidentifikasi tingkat perubahan ukuran partikel ini.

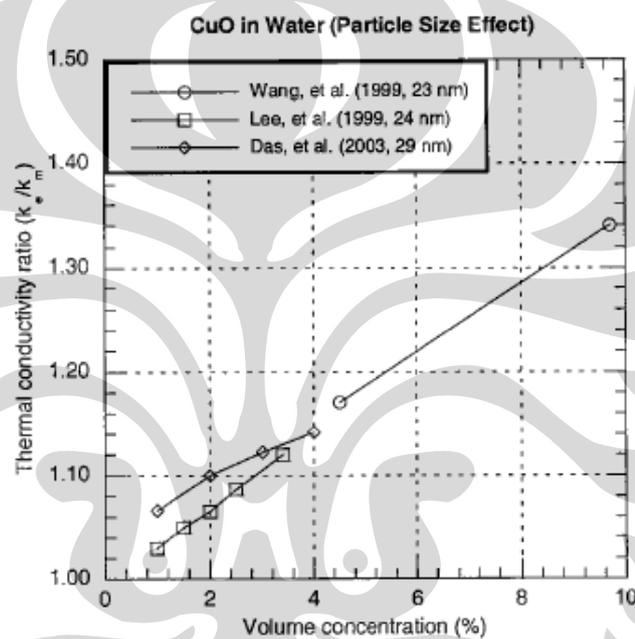


**Gambar 2.13** Pengaruh ukuran partikel terhadap konduktivitas termalnya dalam media air<sup>(7)</sup>.



**Gambar 2.14** Pengaruh ukuran partikel terhadap konduktivitas termalnya didalam media etilen glikol<sup>(7)</sup>

Trend gambar 2.13 - 2.15 dapat disimpulkan bahwa semakin tinggi diameter partikel maka semakin tinggi pula konduktivitas termalnya. Hal ini berlawanan dengan literatur yang menjelaskan semakin kecil ukuran partikel maka akan memberikan kenaikan nilai konduktivitas termal signifikan. Aglomerasi menjadi kata kuncinya, hal inilah yang menyebabkan simpangan terhadap nilai konduktivitas termal. Bentuk partikel ternyata juga sangat berpengaruh walaupun memiliki ukuran sama, diduga hal ini tidak diperhatikan ketika sintesis nanofluida.

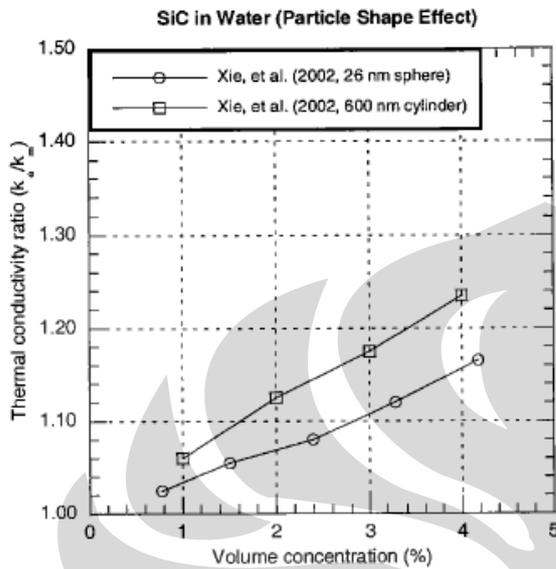


**Gambar 2.15** Pengaruh ukuran partikel CuO terhadap konduktivitas termal didalam media pendispersi air<sup>(7)</sup>

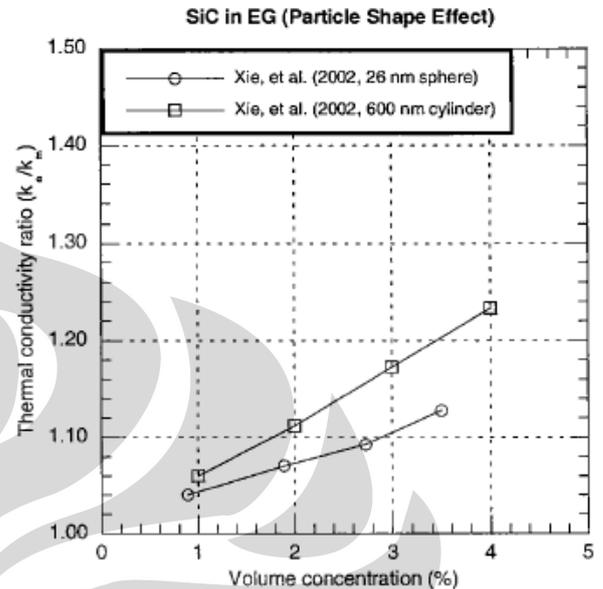
#### 2.5.4 Pengaruh Bentuk Partikel

Peningkatan konduktivitas termal pada nanofluida juga berbeda tergantung dari bentuk geometri partikel nanonya. Gambar 2.16 dibandingkan bentuk bulat dan silinder. Peningkatan berarti terlihat pada bentuk silinder karena bentuk panjang yang mengkonduksi transfer panas melalui partikel. Untuk gambar 2.16 - 2.18 mengindikasikan elongasi partikel dalam bentuk bola lebih disenangi karena

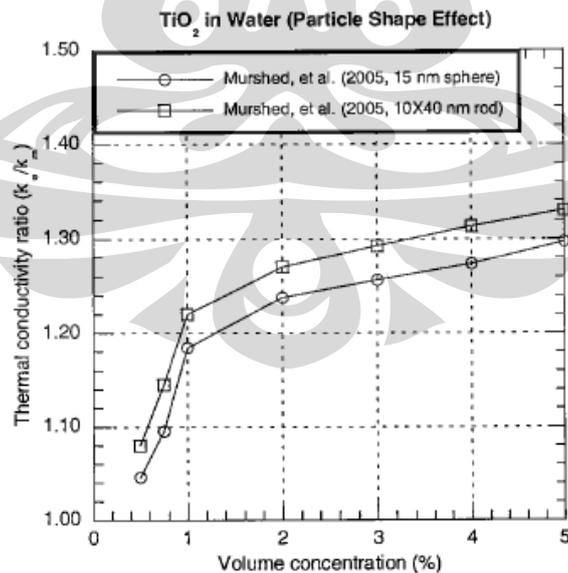
improvisasi yang tidak buruk terhadap konduktivitas termalnya dan juga mudah serta murah biaya sintesis nanofluidanya.



**Gambar 2.16** Konduktivitas SiC dalam media pelarut air dengan perbandingan bentuk bola dan silinder<sup>(7)</sup>.



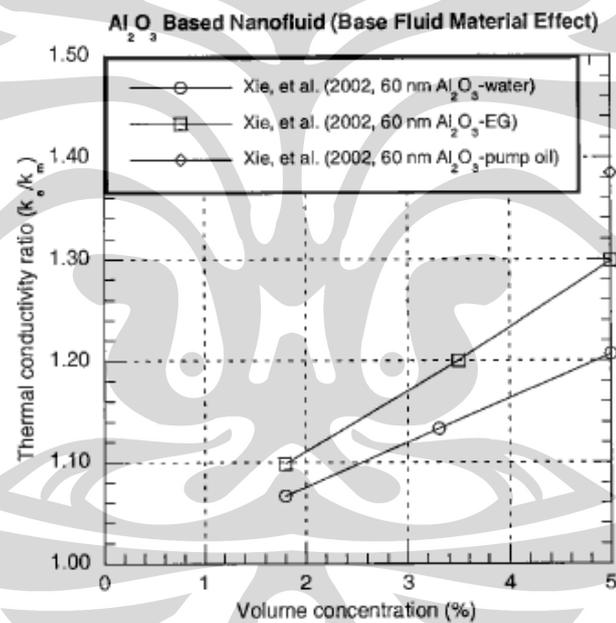
**Gambar 2.17** Konduktivitas SiC dalam media pelarut etilen glikol dengan perbandingan bentuk bola dan silinder<sup>(7)</sup>.



**Gambar 2.18** Konduktivitas TiO<sub>2</sub> dalam media pelarut air dengan perbandingan bentuk bola dan batang<sup>(7)</sup>.

### 2.5.5 Pengaruh Fluida Sebagai Material Dasar

Pengaruh fluida sebagai material dasar seperti air, etilen glikol, dan minyak polimer terhadap perubahan konduktivitas termal terlihat pada gambar 2.19 dibawah. Hasil menunjukkan peningkatan konduktivitas termal untuk berbagai media dengan meningkatnya volume partikel. Gambar .219 pertambahan kurang baik didalam media air, dibandingkan dengan etilen glikol. Walaupun trend ini tidak menggambarkan literatur secara keseluruhan, tetapi data ini cukup valid untuk digunakan. Etilen glikol sendiri cukup membingungkan karena kalau berdiri sendiri nilai konduktivitas termal lebih rendah dibandingkan dengan air. Gabungan antara air dan etilen glikol memberikan sifat antara air dan etilen glikol itu sendiri. Dalam aplikasi otomotif gabungan ini sudah banyak dipakai.

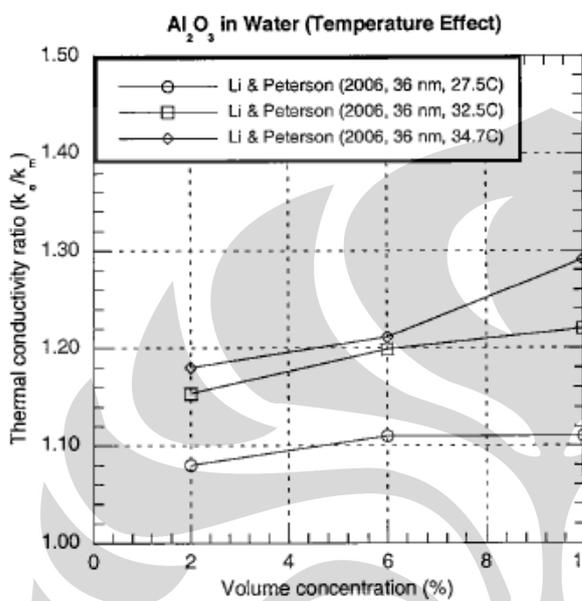


Gambar 2.19 Konduktivitas berbagai fluida dasar dengan besar partikel seragam<sup>(7)</sup>.

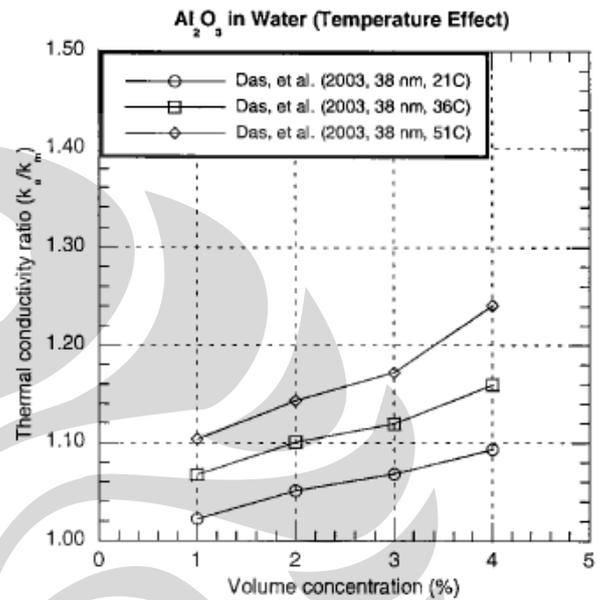
### 2.5.6 Pengaruh Temperatur

Perlu dipahami bahwa konduktivitas termal dari sebuah sistem nanofluida lebih sensitif dipandang dari sisi perbedaan temperatur bila dibandingkan dengan perbedaan fluida dasarnya. Setiap data pembanding yang akan disajikan dibawah gambar 2.20 – 2.22 merupakan hasil penelitian kelompok di waktu berbeda. Hasil

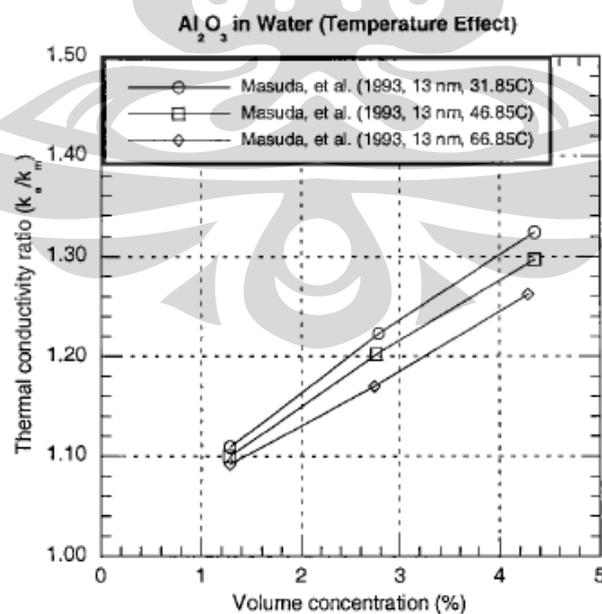
didapat untuk setiap pertambahan temperatur konduktivitas termal larutan akan meningkat. Percobaan Das et al (2003) mendapatkan hasil representatif penelitiannya untuk perbedaan suhu untuk  $\text{Al}_2\text{O}_3$  media pendispersi air dan  $\text{CuO}$  dengan media pendispersi air. Das et al menyimpulkan bahwa peningkatan konduktivitas termal dikarenakan pergerakan dari partikel – partikel nanofluida.



**Gambar 2.20** Penelitian Li & Peterson untuk nanofluida  $\text{Al}_2\text{O}_3$  didalam media pendispersi air<sup>(7)</sup>.



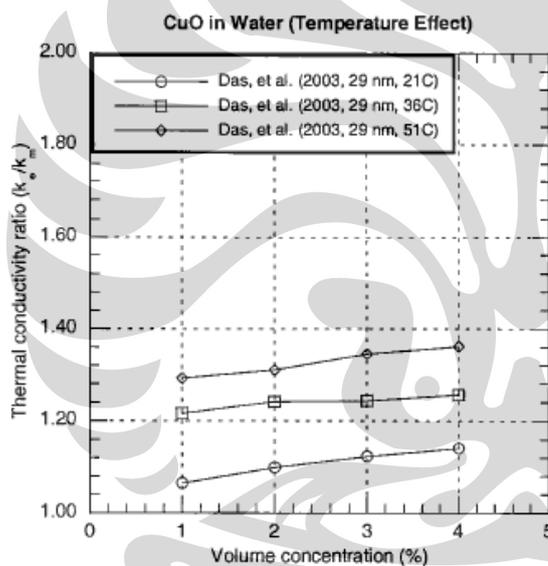
**Gambar 2.21** Penelitian Das, et al untuk sintesis nanofluida  $\text{Al}_2\text{O}_3$  didalam media pendispersi air<sup>(7)</sup>.



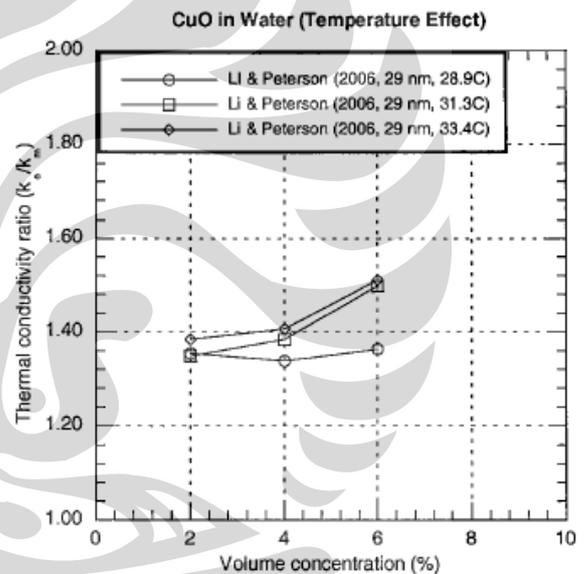
**Gambar 2.22** Penelitian Masuda, et al untuk sintesis nanofluida  $\text{Al}_2\text{O}_3$  didalam media pendispersi air<sup>(7)</sup>.

Dari ketiga penelitian dapat dilihat hanya penelitian Masuda yang sedikit berbeda dengan Li & Peterson dan Das et al.

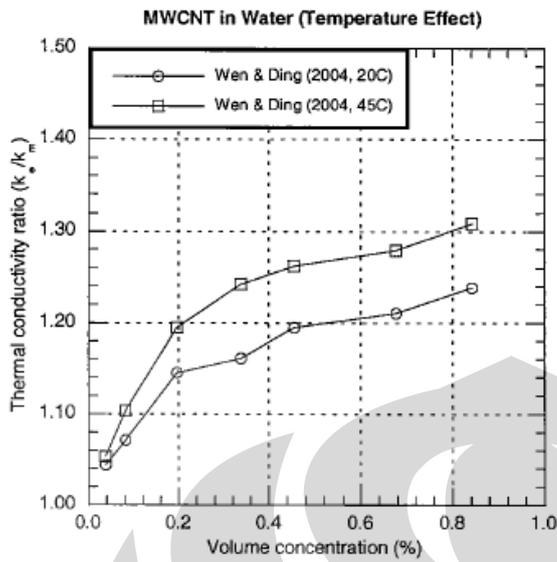
Perubahan konduktivitas termal untuk CuO dalam media pendispersi air dapat dilihat dalam gambar 2.23 dan 2.24 dari dua buah penelitian. Data menunjukkan literatur dasar yang menyatakan kenaikan temperatur berbanding lurus dengan konduktivitas termal. Gambar 2.25 dan 2.26 hasil yang kurang lebih sama untuk penelitian sintesis dengan menggunakan *Multi Walled Carbon Nanotube* (MWCNT) didalam air.



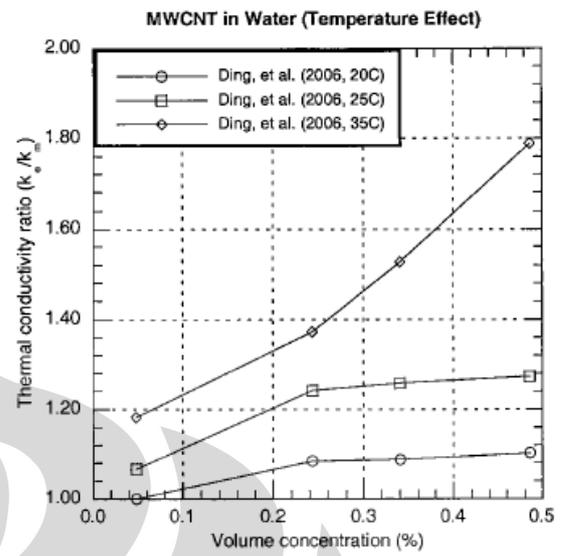
**Gambar 2.23** Penelitian Das, et al untuk sintesis nanofluida CuO didalam media pendispersi air<sup>(7)</sup>.



**Gambar 2.24** Penelitian Li & Peterson untuk sintesis nanofluida CuO didalam media pendispersi air<sup>(7)</sup>.



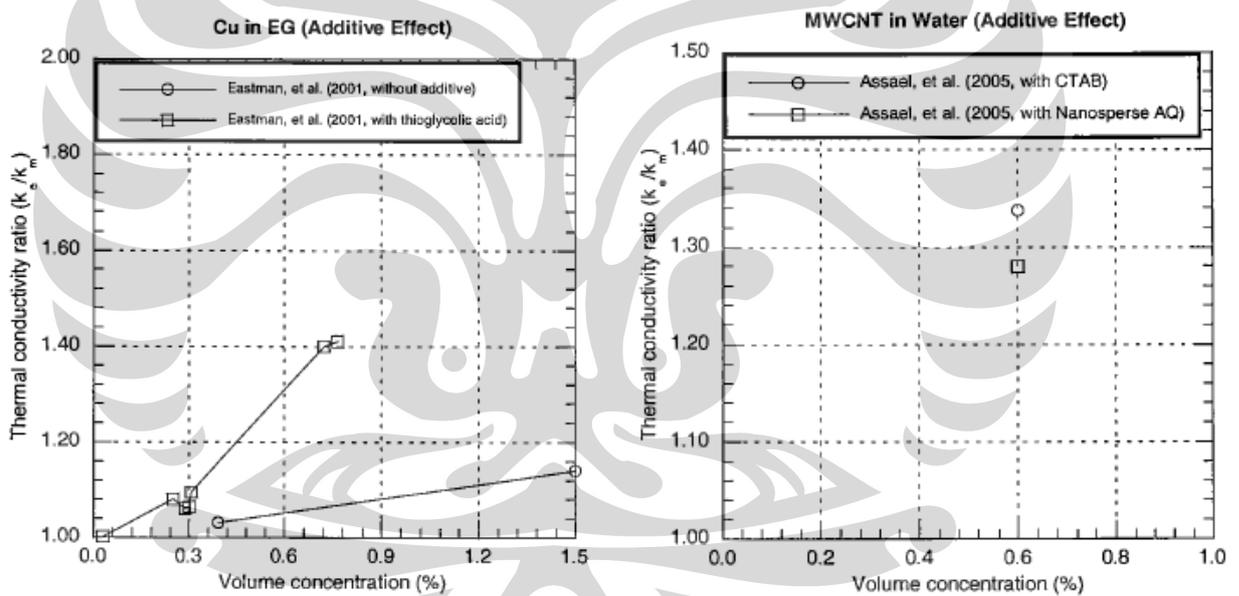
**Gambar 2.25** Penelitian Wen & Ding untuk sintesis nanofluida MWCNT didalam media pendispersi air<sup>(7)</sup>.



**Gambar 2.26** Penelitian Ding, et al untuk sintesis nanofluida MWCNT didalam media pendispersi air<sup>(7)</sup>.

### 2.5.7 Pengaruh Penambahan Aditif

Pentingnya penjagaan hasil eksperimen dari aglomerasi membuat peneliti berfikir untuk menambahkan sebuah zat yang dapat menjaga partikel nano agar tidak menyatu kembali. Hasil penelitian didapat tidak pasti dan tersebar secara acak tergantung dari respect aditif yang ditambahkan. Tetapi banyak studi yang telah dilakukan untuk melihat sifat aditif ini. Seperti terlihat di gambar 2.27 dan 2.28 untuk penambahan aditif berbeda pada sistem nanofluida. Pada kasus keduanya diketahui bahwa konduktivitas termal meningkat dengan penambahan kuantitas aditif meningkat. Perlu dilakukan penelitian lebih lanjut dimasa mendatang karena sejauh ini literatur yang kami dapat hanya berkisar pada gambar.

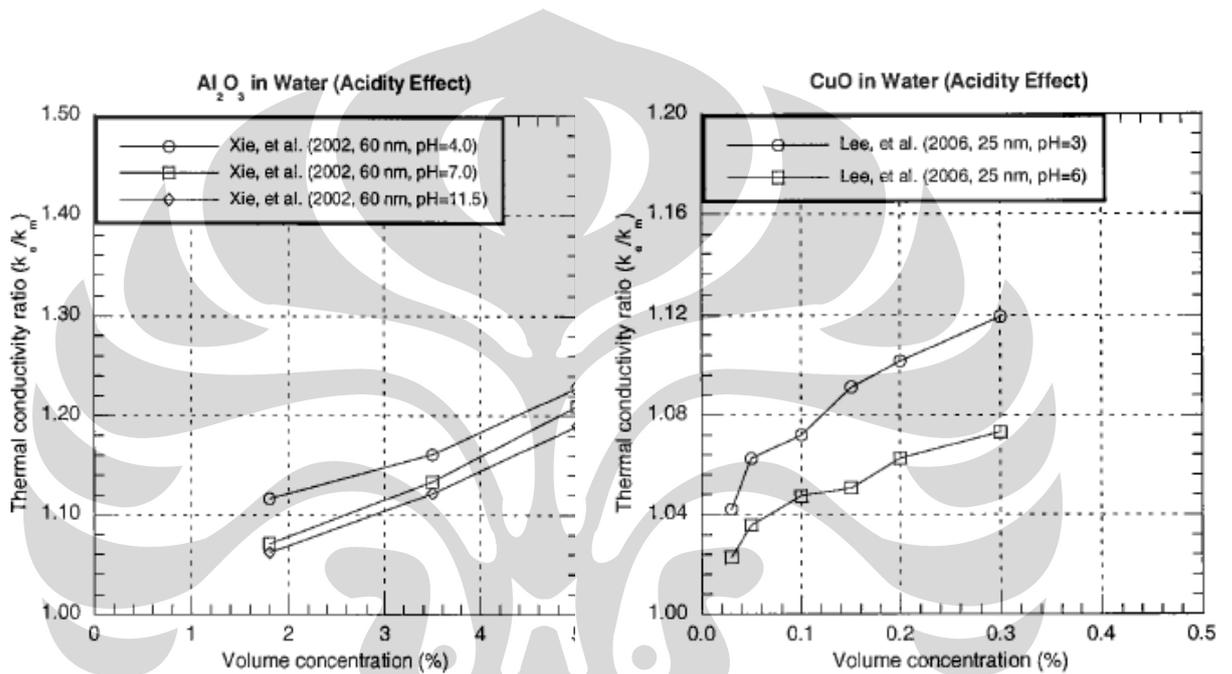


**Gambar 2.27** Hasil Penelitian Eastman, et al untuk sintesis nanofluida Cu didalam media pendispersi etilen glikol<sup>(7)</sup>.

**Gambar 2.28** Hasil Penelitian Assael untuk sintesis nanofluida MWCNT didalam media pendispersi air<sup>(7)</sup>.

### 2.5.8 Pengaruh Keasaman (pH)

Keterbatasan studi literatur terhadap efek penambahan keasaman terhadap perubahan konduktivitas termal sistem nanofluida. Hasil dua penelitian dapat terlihat seperti gambar dibawah. Gambar 2.29 dan 2.30 menunjukkan trend yang sama, kesimpulan bertambahnya tingkat keasaman akan mempengaruhi konduktivitas termal belum bisa disimpulkan.



**Gambar 2.29** Hasil Penelitian Xie, et al untuk sintesis nanofluida Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> didalam media pendispersi air<sup>(7)</sup>.

**Gambar 2.30** Hasil Penelitian Lee, et al untuk sintesis nanofluida CuO didalam media pendispersi air<sup>(7)</sup>.

## 2.6 Planetary Ball Mill

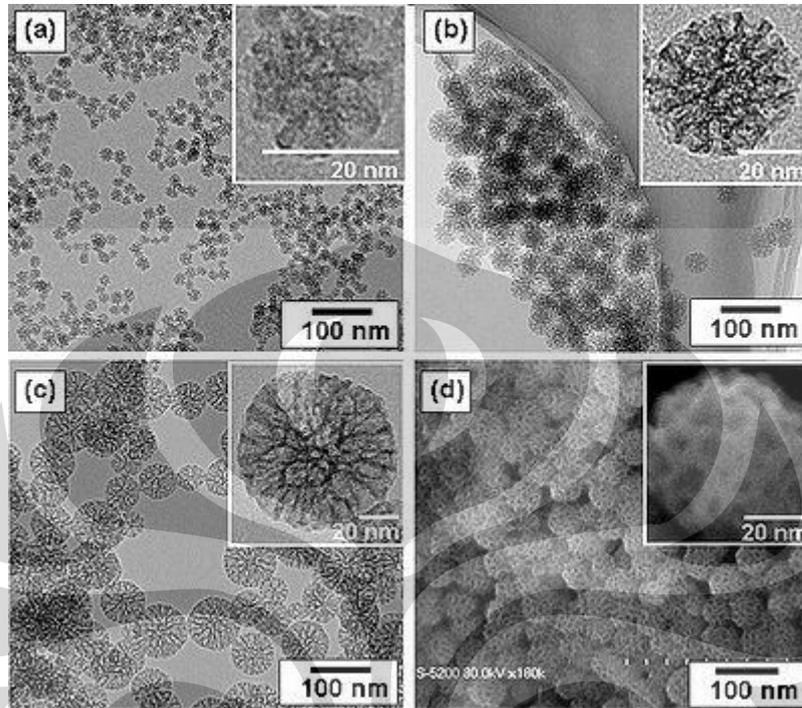
Sebuah mesin penghalus dengan perangkat silinder yang digunakan dalam penggiling (atau pencampuran) bahan-bahan seperti bijih, bahan kimia, bahan baku keramik dan cat. Secara teori mekanisme penghalusan menggunakan ball mill ini memaksimalkan putaran searah bidang horizontal. Material yang ingin direduksi ukuran partikel atau ingin dipadukan akan mendapatkan gaya impak maksimal dari bola yang berputar pada garis revolusi dan garis rotasi. Bola pereduksi digunakan juga dapat terdiri dari berbagai macam material tergantung dari jenis material yang ingin direduksi, seperti : bola keramik, bola *stainless steel*, dan jenis bola lainnya.



**Gambar 2.31** Planetary ball mill generasi 4 hasil riset dan fabrikasi yang tersedia di Lembaga Ilmu Pengetahuan Indonesia, PUSPITEK, Serpong, Indonesia

Dari Wikipedia didapatkan bahwa *planetary ball mill* dapat mereduksi ukuran partikel sampai ukuran terkecil adalah sekitar 5nm. Dengan memanfaatkan gaya impak yang disebut “gaya coriolis”<sup>(10)</sup>. Gambar 2.32 menunjukkan partikel

nano yang berhasil didapatkan melalui proses reduksi ukuran partikel dengan menggunakan PBM ini.



**Gambar 2.32** gambar nanopartikel silika dengan berbagai diameter, (a) 20 nm, (b) 45nm, (c) 80nm, dan (d) adalah literatur untuk nanopartikel silika dilihat dengan TEM<sup>(9)</sup>.

Untuk mendapatkan partikel dengan ukuran sampai mencapai skala nanometer (<100nm) maka proses milling harus dilakukan berkala dengan perbandingan putaran dan berhenti sesuai dari literatur. Pada alat *planetary ball mill-4* yang terdapat di LIPI alat berputar secara konstan selama empat menit dan kemudian berhenti selama satu menit. Selama empat menit berputar bola didalam vial akan secara kontinu berputar dan memberikan gaya impact kepada material serbuk yang ada didalamnya, dengan gaya ini material diharapkan akan mengalami reduksi ukuran menjadi lebih kecil serta halus dari ukuran sebelumnya. Berhenti selama satu menit bertujuan untuk menghindari konsentrasi panas yang terjadi akibat proses penumbukan kontinu pada skala sebelumnya. Perlu diketahui bahwa setiap material dengan ukuran dibawah 200µm merupakan

partikel metastabil yang mudah untuk mencapai kestabilan menjadi partikel lebih besar dengan cara beraglomerasi dengan partikel didekatnya akibat gaya Van Der Waals material. Oleh karenanya setelah dilakukan pengerjaan selama waktu tertentu maka akan terdapat konsentrasi termal akibat gesekan dan gaya impact putaran, maka termal ini harus diminimalisasi dengan memberikan jeda waktu agar termal tidak terkonsentrasi dan memberikan efek negatif terhadap partikel milling.

Kehalusan serbuk sangat dipengaruhi oleh kecepatan putar alat PBM. Semakin cepat putaran reduksi maka akan semakin baik pula material serbuk yang akan diperoleh. Kecepatan putar berpengaruh untuk memberikan tingkat impact dihasilkan untuk menumbuk partikel oleh bola yang terdapat didalam vial.

Variabel penting lainnya adalah jenis material bola dan vial digunakan. Untuk referensi peneliti pernah melakukan penggilingan menggunakan partikel  $\text{TiO}_2$  dan Cu, vial serta bola dari material baja karbon rendah biasa. Hasil didapat menunjukkan banyak sekali pengotor didalam partikel hasil penggilingan. Analisa didapat bahwa baja karbon rendah memiliki tingkat kekerasan dan ketahanan aus yang rendah sehingga ketika diberikan gaya untuk mengimpak partikel vial dan bola ikut tergerus. Hasilnya reduksi kurang maksimal dengan banyak terdapat pengotor didalamnya.



**Gambar 2.33** Hasil milling logam Cu dengan vial dan bola dari material baja karbon rendah.



**Gambar 2.34** Hasil milling logam  $\text{TiO}_2$  dengan vial dan bola dari material baja karbon rendah.

Logam Cu. Memiliki keuletan tinggi sehingga untuk mereduksi ukuran partikel diperlukan gaya impact besar. Terlihat pada gambar 2.33 logam Cu justru memberikan pelapisan kepada vial dan bola, hal ini dikarenakan keuletan logam tersebut. Sedangkan untuk partikel  $TiO_2$  memiliki jenis oksida sehingga kekerasannya lebih tinggi dari logam Ti sendiri. Pada gambar 2.34 dapat kita lihat seharusnya partikel  $TiO_2$  didapat berwarna putih dan bersih, tetapi warna menjadi abu-abu dan keruh. Penyebabnya adalah vial dan bola PBM ikut tergerus akibat pemutaran kontinu dengan kecepatan penggilingan tidak dapat menahan laju aus baja karbon rendah vial dan bola.

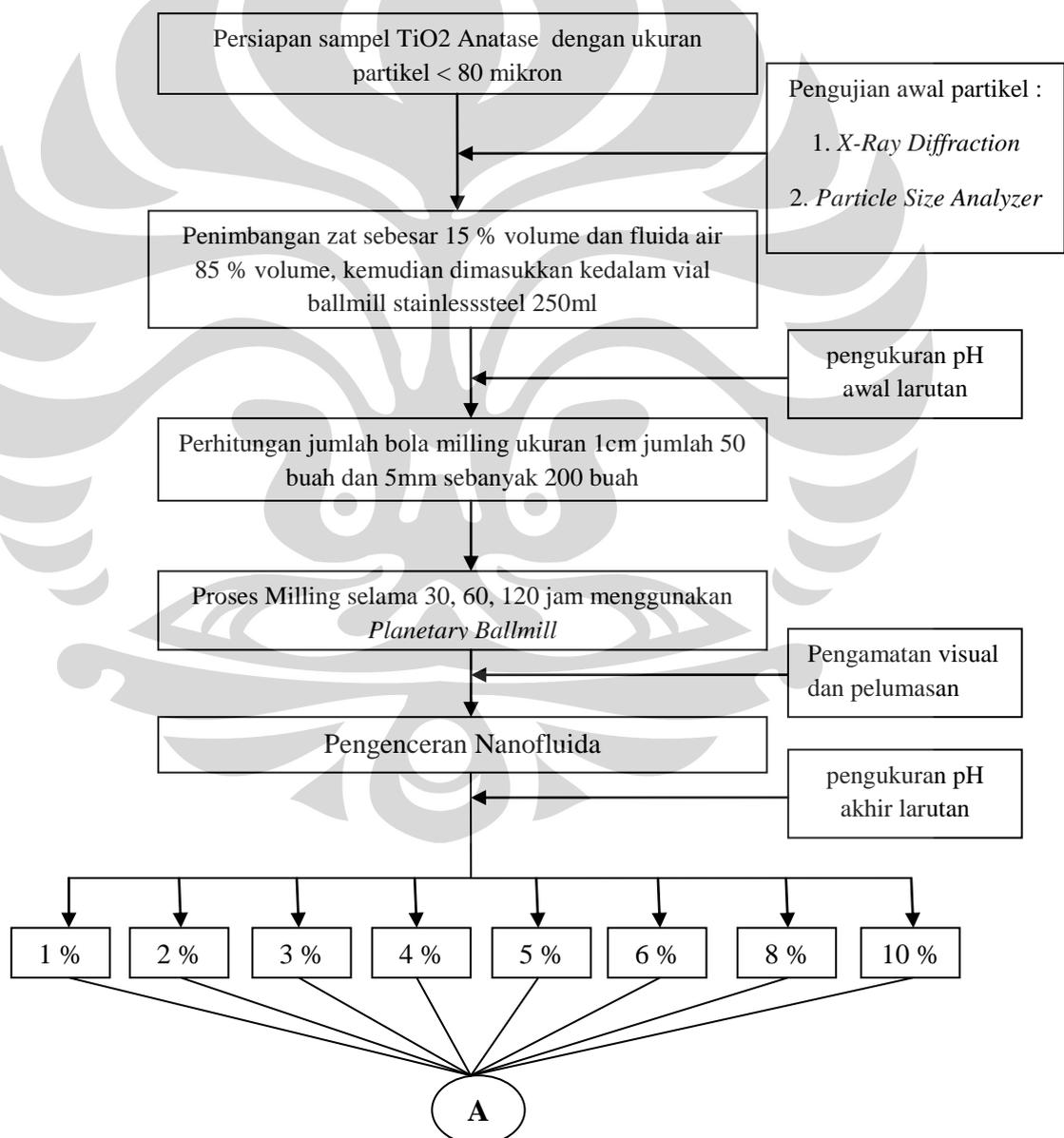
Pada umumnya *Planetary Ball Mill* memang digunakan untuk mereduksi ukuran partikel menjadi lebih halus. Tetapi dari buku *Mechanical Alloying* diketahui bahwa PBM ini juga dapat membuat paduan dengan prinsip pengelasan dingin. Mekanismenya adalah dengan memanfaatkan tumbukan impact coriolis untuk memadu dua partikel berbeda. Dari perkembangan ini juga didapat gagasan untuk membuat partikel nano yang dapat tersuspensi didalam fluida melalui mekanisme sintesis *one-step process*. Dasar teori inilah yang membuat kami tertarik untuk melakukan penelitian lebih lanjut untuk mengembangkan sintesis nanofluida menggunakan PBM, karena prosesnya yang dinilai sederhana, memiliki biaya produksi tidak tinggi, dan dapat diproduksi dalam kuantitas banyak sehingga dapat dimanfaatkan untuk aplikasi industri.

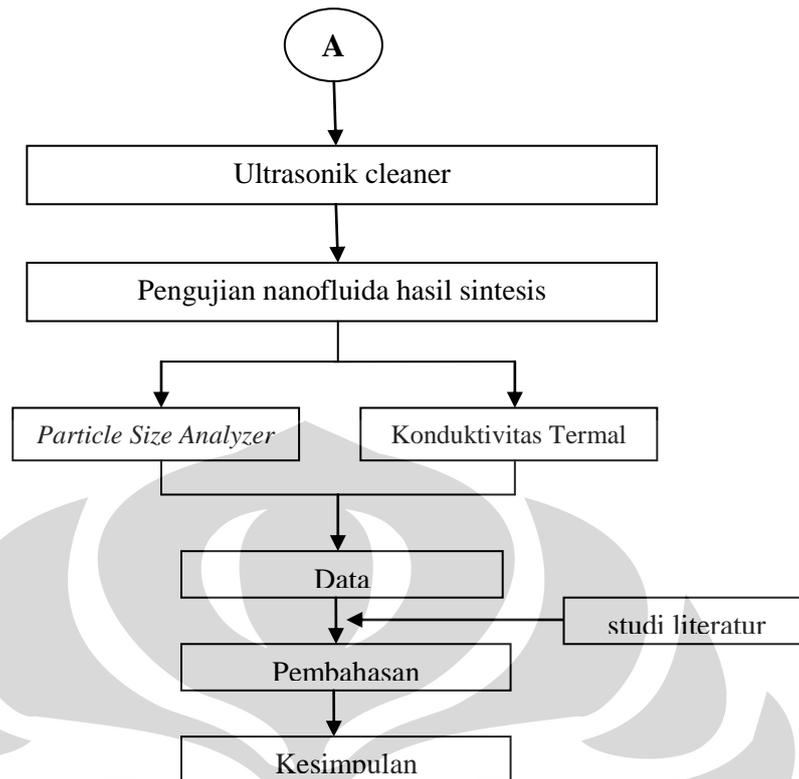
## BAB III

### METODOLOGI PENELITIAN

#### 3.1 Diagram Alir Penelitian

Dalam pelaksanaan penelitian, diperlukan sebuah alur kerja yang akurat serta tepat agar tujuan dari sebuah penelitian tercapai. Berikut adalah diagram alir yang menggambarkan seluruh kegiatan penelitian :





## 3.2 Alat dan Bahan

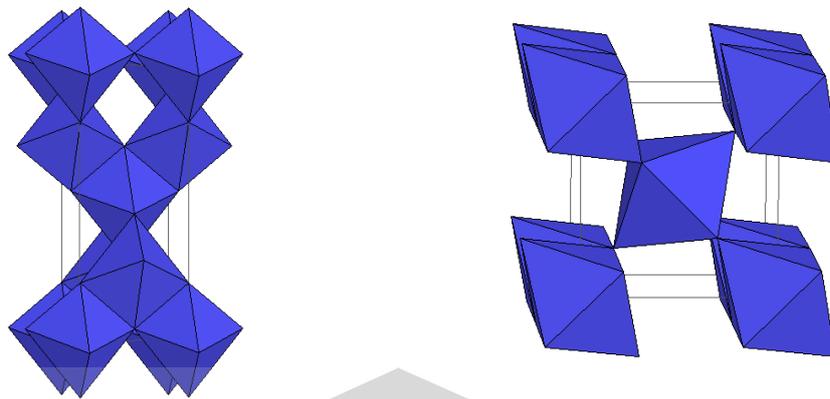
### 3.2.1 Bahan

#### 1). $\text{TiO}_2$ Komersil

Partikel tersuspensi digunakan adalah  $\text{TiO}_2$  dari Merck dengan jenis komersil dengan tingkat kehalusan partikel pada pengujian awal PSA adalah 430 nm. Memiliki berat jenis 3,7 gram/ml. Uji komposisi kimia akan dibahas pada Bab IV untuk mengetahui jenis partikel dengan metode pengujian XRD.

#### 2) $\text{TiO}_2$ Analisis

Partikel  $\text{TiO}_2$  Analisis dari Merck digunakan sebagai pembandingan dengan  $\text{TiO}_2$  komersil untuk diperhatikan tingkat kehalusan dan berat jenis sehingga dapat diketahui keefektifan reduksi ukuran partikel  $\text{TiO}_2$  yang akan digunakan pada penelitian. Tingkat kehalusan partikel pada pengujian awal partikel adalah 1.425 nm, dengan berat jenis 4,2 gram/ml. Uji komposisi kimia akan dibahas pada Bab IV untuk mengetahui jenis partikel dengan metode pengujian XRD.



**Gambar 3.1** Struktur kristal  $\text{TiO}_2$ . Bagian sebelah kiri adalah struktur kristal  $\text{TiO}_2$  anatase dan bagian sebelah kanan adalah struktur kristal  $\text{TiO}_2$  rutile<sup>(1)</sup>.

### 3) Air distilasi

Penggunaan air distilasi atau yang lebih dikenal dengan nama aquades adalah sebagai media pendispersi untuk partikel yang ingin disintesis menjadi nanofluida. Air distilasi lebih tinggi kemampuan mendispersi partikel karena telah mengalami proses demineralisasi, sehingga semua mineral terlarut pada air telah dipisahkan. Pengukuran awal untuk tingkat keasaman / pH aquades dengan menggunakan pH meter adalah 7,10 atau dapat dikatakan netral.

#### 3.2.2 Alat

Dalam penelitiannya, peneliti membagi peralatan digunakan menjadi tiga bagian. Yaitu untuk preparasi sampel, alat sintesis nanofluida, dan pengenceran.

##### ➤ Preparasi sampel

- 1) Gelas Ukur
- 2) Botol Angsa
- 3) Tabung ukur
- 4) pH meter
- 5) Spatula

6) Timbangan digital

➤ Sintesis nanofluida

1) *Planetary Ballmill*

2) *Vial stainless steel*

3) Bola  $\text{Al}_2\text{O}_3$  / *corrondum*. 10mm sebanyak 50 buah dan 5 mm sebanyak 200 buah.

4) Perekat. Digunakan dua perekat yaitu karet vial dan pengisolasi vial.

➤ Pengenceran

1) Tabung reaksi

2) pipet tetes

3) Botol Angsa

4) pH meter

5) Botol spesimen 250 cc

6) Botol spesimen 150 cc

7) Botol spesimen 15 cc

8) Label spesimen

9) Ultrasonik cleaner

### 3.3 Sintesis Nanofluida

Percobaan pembuatan partikel terdispersi dalam air distilasi dilakukan dengan metode pengecilan ukuran butir menggunakan alat *planetary ballmill*. Menggunakan prinsip kominusi dengan memanfaatkan revolusi dan rotasi dari alat sehingga didapat gaya impact dari bola untuk mengeliminasi ukuran partikel didalam vial. Penelitian sebelumnya peneliti menggunakan vial jenis baja karbon biasa yang belum diberikan perlakuan panas dan juga bola baja standard, memberikan hasil kurang maksimal dengan banyaknya pengotor dari bola dan vial yang tergerus.

Penelitian kedua, peneliti menggunakan vial baja tahan karat sebagai vial dan bola *corrondum*  $Al_2O_3$  untuk mengeliminasi pengotor – pengotor hasil reduksi ukuran. Karena metode sintesis *one-step process* nanofluida dengan menggunakan PBM ini tergolong baru, maka untuk penggunaan bola peneliti berkonsultasi dengan salah satu peneliti di Lembaga Ilmu Pengetahuan Indonesia ( LIPI ) dan didapat variabel bola efektif digunakan adalah ukuran  $< 2cm$ . Karena partikel yang sudah berukuran mikron sangat sulit direduksi oleh gaya impact dari bola berukuran besar.

Bola pereduksi digunakan ukuran 10mm dan 5mm, dengan jumlah 50 buah dan 250 buah. Perhitungan didapat berdasarkan literatur efektif reduksi dengan PBM, seperti dapat dilihat pada tabel dibawah.

**Tabel 3.1** Literatur ukuran bola yang efektif untuk digunakan dalam reduksi ukuran pada alat *planetary ballmill* <sup>(12)</sup>

GRINDING JAR FILLING								
Guidelines for sample volumes and ball charges								
Nominal volume	Useful volume (sample and balls)	PM100	PM200	Max. feed size	Recommended ball charge			
					40 mm dia.	30 mm dia.	20 mm dia.	10 mm dia.
50ml	5-30ml	✓	✓	<3 mm	-	-	3	10
125ml	15-80ml	✓	✓	<4 mm	-	-	6	25
250ml	25-150ml	✓		<6 mm	-	5	12	50
500ml	75-300ml	✓		<10 mm	4	8	20	100

### 3.3.1 Preparasi sampel

- 1) Setiap peralatan dicuci dengan menggunakan sabun, dibilas dengan air, dan kemudian dikondisikan dengan menggunakan air distilasi.
- 2) Penimbangan zat. Perlu diketahui bahwa pada penelitian ini digunakan persentasi volume, dengan total volume 100ml dan 15% partikel terlarut. Sehingga :

✓  $\text{TiO}_2$  dengan BJ 3,7 sehingga massa digunakan  $3,7 * 15 = 55,5$  gram

- 3) Pelarutan digelas ukur. Mekanisme :

✓  $\text{TiO}_2$  : 55,5 gram (15% vol/vol) + 85 ml aquades (85% vol/vol)

- 4) Pemindahan kedalam vial. Vial A untuk  $\text{TiO}_2$  dan vial B untuk karbon aktif.
- 5) Bola  $\text{Al}_2\text{O}_3$  ukuran 10mm sebanyak 50 buah dan 5 mm sebanyak 250 dimasukkan kedalam masing – masing vial.
- 6) Vial dirapatkan dengan karet vial dan diisolasi agar tidak terbang zatnya.
- 7) pH larutan 8,00

### 3.3.2 Proses Milling

Reduksi ukuran dilakukan menggunakan alat *planetary ball mill* dengan kecepatan putar rerata 500 rpm. PBM untuk milling yang digunakan memiliki kapasitas 2 vial dan volume masing-masing vial 250 ml. Total proses milling dengan PBM adalah 31 jam, dengan kondisi berputar yang efektif setengah dari total waktu milling.

### 3.3.3 Penyalinan dan Pengenceran awal

Setelah mengalami proses milling sampel dari vial akan dipindahkan kedalam wadah dan mengalami pengenceran awal. pH larutan setelah milling adalah 8,5 atau sedikit sekai mengalami penambahan. Pengenceran awal berguna untuk mencegah sejumlah partikel didalam vial yang masih menempel terbuang sia-sia. Mekanisme pengenceran awal :

$$C_1 \cdot V_1 = C_2 \cdot V_2$$

$$15\% \cdot 60\text{ml} = x \cdot 6\%$$

$$x = 150\text{ml TiO}_2 \text{ dengan konsentrasi } 6\% \text{ vol/vol}$$

### 3.3.4 Pengenceran Konsentrasi

Pengenceran konsentrasi bertujuan untuk mengetahui sifat nanofluida disetiap perbedaan kadar partikelnya. Larutan nanofluida akan diencerkan menjadi konsentrasi 1%, 2%, 3%, 4%, 5%, 6%, 8%, dan 10%. Prosedur pengenceran :

1. Pengambilan sejumlah ml zat dengan pipet tetes dan diukur kedalam tabung ukur.
2. Pemindahan kedalam tabung reaksi.
3. Pembilasan tabung ukur dengan aquades dan pemindahan bilasan kedalam tabung reaksi.
4. Pendispersian + pemutaran nanofluida didalam tabung reaksi.

Dalam melakukan pengenceran dibutuhkan sebuah formula tepat untuk mengetahui mekanisme pengenceran. Dalam hal ini formula perubahan persen volume pekat ke volume yang lebih encer. Formula digunakan adalah :

$$C_1 \cdot V_1 = C_2 \cdot V_2$$

Contoh : untuk mendapatkan 1% nanofluida  $\text{TiO}_2$  dari larutan 6% nya adalah :

$$6\% \cdot 25\text{ml (asumsi volume)} = 1\% \cdot x$$

$$\text{sehingga } x = 150\text{ml}$$

berarti kita harus menambahkan 125ml aquades kedalam larutan partikel dan mendispersikannya secara merata ke larutan awalnya.

Setelah diketahui prosedur pengenceran, maka proses dimulai yaitu dengan mengambil sejumlah ml zat untuk kemudian dicampurkan dengan aquades didalam tabung reaksi. Karena keterbatasan jumlah zat hasil milling maka perlu diperhatikan jumlah zat yang diambil, mekanisme pengambilan zat untuk pengenceran adalah sebagai berikut :

- 1) 10% vol/vol = 15ml larutan 15% + 7,5ml aquades
- 2) 8% vol/vol = 15ml larutan 15% + 13ml aquades
- 3) 6% vol/vol = 50ml, tanpa mengalami pengenceran
- 4) 5% vol/vol = 20ml larutan 6% + 4 ml aquades
- 5) 4% vol/vol = 20ml larutan 6% + 10ml aquades
- 6) 3% vol/vol = 25ml larutan 6% + 25ml aquades
- 7) 2% vol/vol = 20ml larutan 6% + 40ml aquades
- 8) 1% vol/vol = 15ml larutan 6% + 75ml aquades.

Setelah 3 hari sampel dilakukan pembersihan dan penstabilan dengan menggunakan *ultrasonic cleaner*. Mekanismenya adalah dengan meletakkan sampel didalam wadah yang berisi air, kemudian alat dioperasikan selama 15 menit. Sampel yang terletak didalam botol spesimen terlihat bergetar dan diharapkan menjadi lebih stabil karena pada pelarutan awal dengan pengocokan manual dilihat sulit didapat suspensi stabil.

### 3.4 Karakterisasi nanofluida hasil sintesis

#### 3.4.1 Particle Size Analyzer

Partikel yang tersuspensi didalam sebuah fluida memiliki gerak brown dikarenakan penggabungan acak dengan molekul pelarutnya. Pergerakan ini disebabkan oleh difusi partikel melalui medianya. Koefisien difusi,  $D$ , merupakan kebalikan dari proporsional terhadap besar partikel terhadap perhitungan *Stokes-Einstein* :

$$D = \frac{k_B T}{3\pi\eta_0 d}$$

$D$  : koefisien difusi

$k_B$  : Konstanta Boltzmann

$T$  : Temperatur absolut

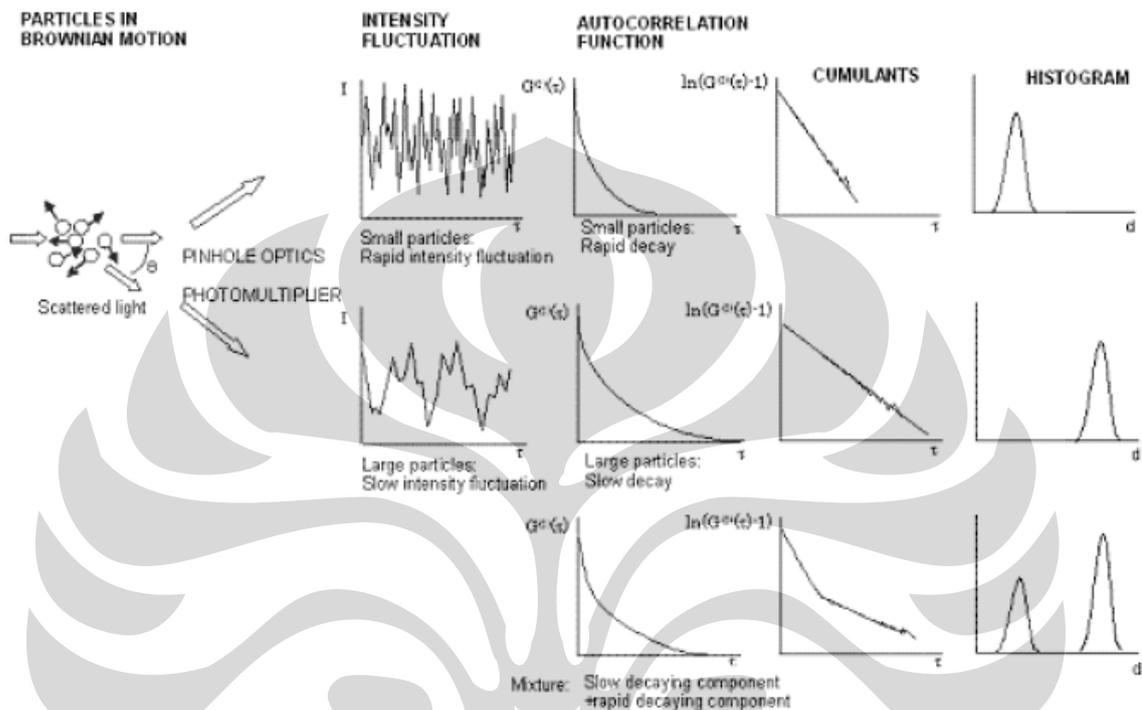
$\eta_0$  : viskositas

$d$  ; diameter dinamika fluida

Perhitungan ini menunjukkan bahwa untuk partikel besar,  $D$  akan relatif kecil, dan partikel akan bergerak lebih lambat terhadap partikel lebih kecil,  $D$  akan menunjukkan nilai besar maka partikel akan menunjukkan pergerakan yang lebih tinggi. Oleh karena itu dengan mengamati pergerakan dan mengetahui koefisien distribusi partikel didalam media pelarut, sangat membantu untuk mengetahui besar ukuran partikel.

Pada pemberian penyebaran sinar, waktu fluktuatif cahaya yang disebar dari partikel akibat gerak Brown dapat dikalkulasi. gambar 3.2 menunjukkan skema bagaimana ukuran partikel dan distribusinya ditentukan oleh penyebaran sinar laser. Ketika sinar laser ditembakkan kedalam partikel, sinar akan menyebar

kesegala arah. Sinar tersebar dilepas dan terhalang oleh sebagian volume partikel akan diterjemahkan oleh sudut persebaran dan deteksi sudut sinar datang. Secara detail akan didapat setiap interferensi dari sinar yang tersebar dan terhalang untuk posisi relatif dari elemen.



**Gambar 3.2** Menentukan ukuran partikel dengan menggunakan penyebaran sinar yang dinamis<sup>(13)</sup>.

### 3.4.2 X-Ray Diffraction

Pada bab sebelumnya telah dibahas mengenai apa itu pengujian XRD dan pentingnya pengujian ini untuk mengidentifikasi hasil sintesis nanofluida. Karena hasil penelitian untuk  $\text{TiO}_2$  memiliki penyebaran partikel yang tidak merata, maka pengujian XRD ini hanya dilakukan untuk mengidentifikasikan jenis partikel  $\text{TiO}_2$  awal digunakan yaitu kosmetik Merck dan analisis dari Merck. Jadi yang ingin dilihat adalah hasil sketsa XRD dua sampel  $\text{TiO}_2$  diatas dan dibandingkan dengan literatur manakah yang merupakan  $\text{TiO}_2$  dengan struktur kristal anatase.

### 3.4.3 Konduktivitas termal

Konduktivitas termal merupakan pengujian vital yang harus dilakukan terhadap hasil sintesis nanofluida, karena pada aplikasinya nanofluida digunakan sebagai media pendingin untuk alat-alat yang berukuran kecil. Pengukuran konduktivitas termal menggunakan alat KD-2. Secara teori pengukuran konduktivitas termal sendiri menggunakan prinsip mengukur nilai difusifitas termal lingkungan terhadap sejumlah panas yang dikeluarkan oleh probe pengukur. Nilai konduktivitas termal sendiri didapat dari respon partikel disekitar probe yang terpengaruh oleh sejumlah elektrisitas dan perubahan panas oleh jarum pengukur.



## BAB IV

### HASIL PENELITIAN DAN PEMBAHASAN

#### 4.1 Pengujian *X-Ray Diffraction* Sampel Awal

Pengujian sampel awal menggunakan metode sinar-x bertujuan untuk mengidentifikasi jenis partikel  $\text{TiO}_2$  yang didapatkan peneliti. Dua jenis partikel tersebut adalah serbuk  $\text{TiO}_2$  analis dan  $\text{TiO}_2$  komersil. Pada penelitian akan digunakan partikel  $\text{TiO}_2$  anatase dengan berat jenis 3,7 gram/ml karena memiliki tingkat kemurnian tinggi, sedangkan untuk jenis rutil dengan berat jenis 4,2 gram/ml cenderung dihindari.

##### 4.1.1 $\text{TiO}_2$ Analis

Serbuk partikel titan(IV)-oksida ini memiliki komposisi kimia dan fisika sebagai berikut :

kelarutan : tidak terlarut pada suhu  $20^\circ\text{C}$

titik lebur :  $1855^\circ\text{C}$

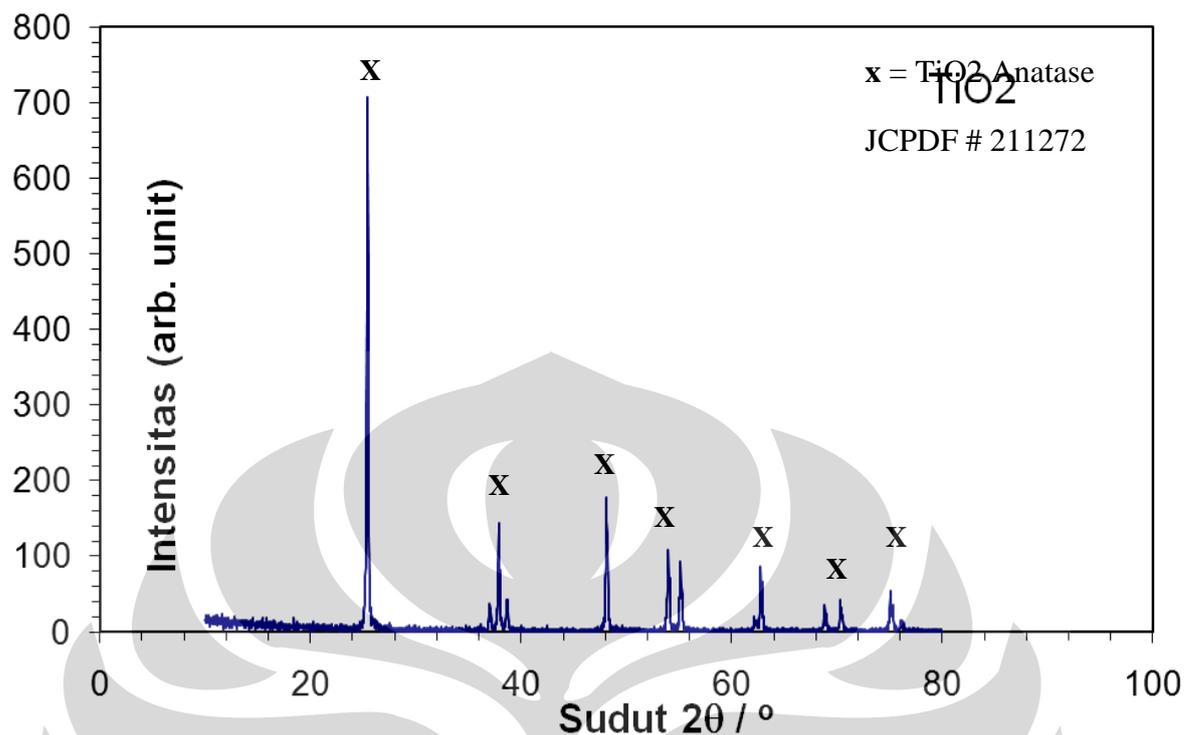
massa molar : 79,87 gram/mol

berat jenis :  $4,2 \text{ gram/cm}^3$

Nilai pH : 7-8 ( $100\text{g/l, H}_2\text{O, } 20^\circ\text{C}$ ) dalam bentuk serbuknya

titik didih :  $2900^\circ\text{C}$

Berdasarkan data diatas diketahui bahwa partikel  $\text{TiO}_2$  analis ini memiliki komposisi rutil karena berat jenisnya 4,2 gram/ml. Untuk mengetahui ketepatan penelitian maka dilakukanlah uji penembakan sinar-x di Badan Tenaga Atom Nasional, Serpong untuk melihat diagram penyebaran partikel menggunakan parameter sudut difraksi  $2\theta$  range  $10^\circ$ - $80^\circ$  dengan waktu selama 60 menit.

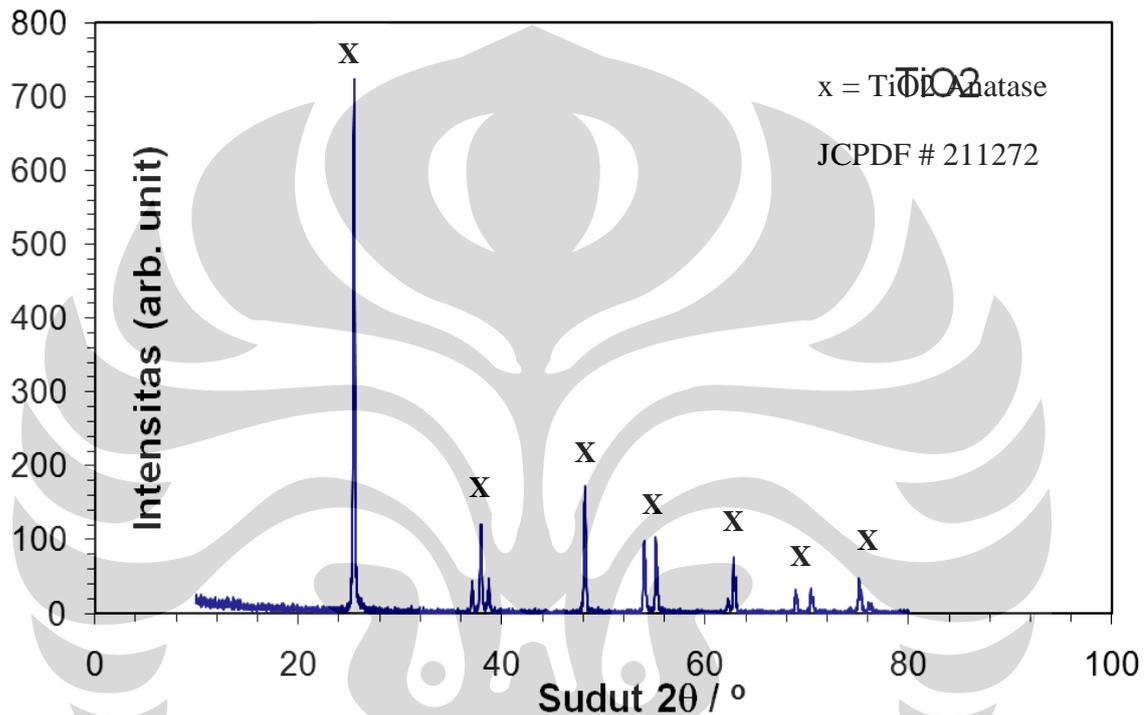


**Gambar 4.1** Hasil XRD partikel TiO<sub>2</sub> analisis dengan sudut 2θ 10-80° selama 60 menit

Hasil XRD TiO<sub>2</sub> analisis memiliki pola difraksi tertinggi pada sudut 2θ 25,4° kemudian pola difraksi tertinggi kedua pada sudut 2θ 48,1°. Dua pola difraksi tertinggi ini kemudian dibandingkan dengan data JCPDF literatur. Untuk jenis rutil dua pola tertinggi terdapat pada sudut difraksi 2θ 27,4° dan 39,18°, berbeda dengan pola difraksi TiO<sub>2</sub> analisis. Sedangkan untuk jenis anatase dua pola tertinggi terdapat pada sudut difraksi 25,2° dan 48,05°, dengan melihat kesamaan pola difraksi pada JCPDF maka TiO<sub>2</sub> analisis memiliki jenis anatase.

#### 4.1.2 TiO<sub>2</sub> Komersil

Dari hasil fabrikasi dan proses pembelian belum diketahui informasi jenis TiO<sub>2</sub> komersil ini, untuk mengetahui jenis TiO<sub>2</sub> ini maka dilakukan pengujian XRD di Badan Tenaga Atom Nasional, Serpong guna memperhatikan pola difraksi dan membandingkannya dengan literatur. Parameter digunakan yaitu sudut difraksi 2 $\theta$  range 10-80° dengan waktu selama 60 menit.



**Gambar 4.2** Hasil XRD partikel TiO<sub>2</sub> komersil dengan sudut 2 $\theta$  10-80° selama 60 menit

Hasil XRD TiO<sub>2</sub> komersil menunjukkan pola difraksi tertinggi pada sudut difraksi 2 $\theta$  25,46° diikuti 48,2°. Data dari JCPDF menunjukkan bahwa pola difraksi TiO<sub>2</sub> komersil memiliki kesamaan dengan pola difraksi TiO<sub>2</sub> anatase dengan dua pola difraksi tertinggi disudut 2 $\theta$  25,2° dan 48,0°. Setelah diketahui kedua jenis partikel TiO<sub>2</sub> adalah anatase, penggunaan sampel untuk penelitian ditentukan dengan pengujian PSA untuk diketahui distribusi partikel dan tingkat kehalusan partikel.

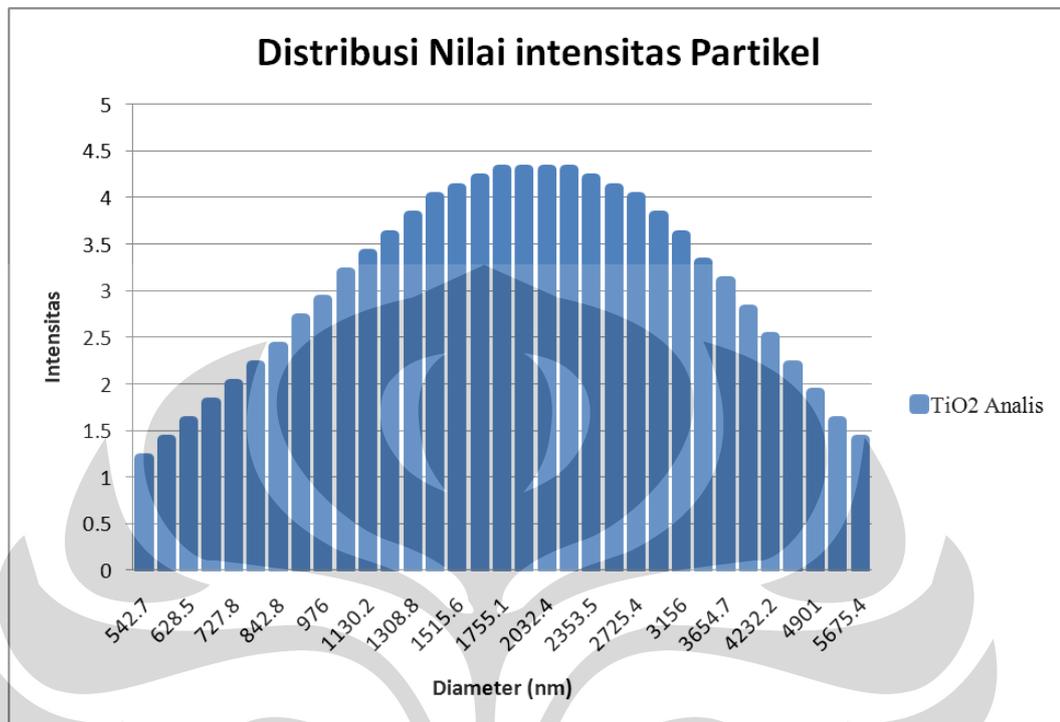
## 4.2 Pengujian *Particle Size Analyzer* Sampel Awal

Pengujian pengukuran besar partikel adalah identifikasi lanjut dari hasil pengujian sebelumnya. Pengujian dilakukan dengan cara melarutkan sejumlah kecil partikel  $\text{TiO}_2$  didalam pelarut air distilasi untuk kemudian diuji menggunakan sinar laser yang menyebar didalam fluida. Perbedaan sudut awal dan sudut datang serta terhalangnya sejumlah intensitas sinar dideteksi dengan formula untuk mengetahui ukuran partikel terlarut.

Hasil pengujian PSA sendiri didapat dalam tiga bagian besar, yaitu :

1. Distribusi volume. Tingkat distribusi partikel yang dikalkulasi berdasarkan total volume yang ditempati partikel kecil terhadap partikel lebih besar. Untuk analisa ilmiah, pendekatan volume sedikit digunakan karena deviasi besar dan juga tingkat keakuratan rendah serta kerelatifitasannya tinggi.
2. Distribusi nilai. Tingkat distribusi partikel yang dikalkulasi berdasarkan perbandingan jumlah partikel besar terhadap partikel lebih kecil. Untuk analisa ilmiah metode ini juga jarang digunakan karena pada penyebaran sinar pembacaan nilai partikel cenderung relatif karena kemungkinan terhalang oleh partikel lebih besar, dan memiliki nilai deviasi cukup besar.
3. Distribusi intensitas. Tingkat distribusi partikel menggunakan pendekatan metode intensitas adalah dengan melakukan kalkulasi berdasarkan tingkat keseringan ukuran partikel yang sama terdeteksi oleh sinar hamburan. Ukuran partikel yang sama akan diklasifikasikan kedalam satu diameter untuk kemudian direrata keseluruhan diameter partikel. Penelitian ilmiah banyak menggunakan pendekatan intensitas karena data yang didapat valid dan dapat dipertanggungjawabkan sehingga mudah untuk diketahui serta dianalisa partikel yang terbentuk.

#### 4.2.1 TiO<sub>2</sub> Analisis



**Gambar 4.3** Hasil pengujian *particle size analyzer* sampel awal TiO<sub>2</sub> Analisis dengan pendekatan nilai intensitas partikel

Data referensi : - besar partikel rerata : 1424,9 nm

- standard deviasi pengujian : 1238,6

- temperatur pengujian : 25°C

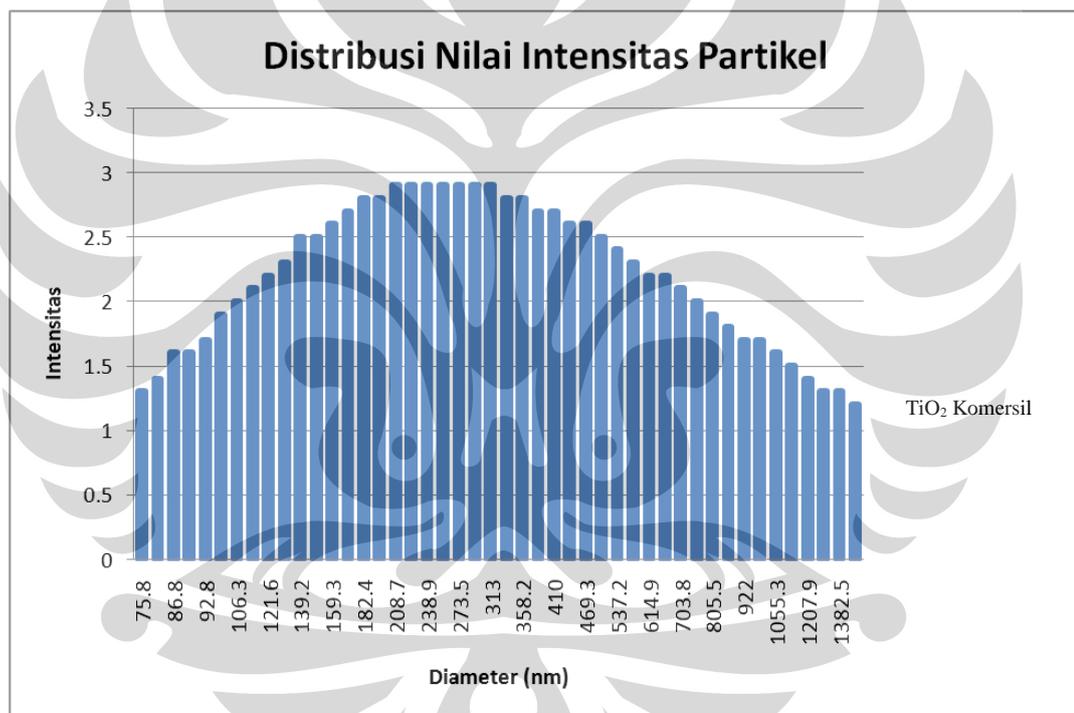
#### 4.2.2 Ukuran Partikel TiO<sub>2</sub> Analisis

Data hasil pengujian menunjukkan bahwa partikel TiO<sub>2</sub> analisis memiliki rentang diameter yang cukup panjang antara 542,7 – 5675,4 nm. Hal ini menunjukkan bahwa tingkat kekasaran partikel cukup tinggi. Dari tabel dan grafik dapat kita perhatikan bahwa distribusi terbanyak terdapat pada rentang 1000-3600nm. Rentang diameter panjang menunjukkan ukuran partikel heterogen dan

distribusi dari partikel tidak merata. Untuk melakukan penelitian diperlukan partikel dengan tingkat distribusi yang tidak terlalu panjang.

Diameter rerata pengujian didapat adalah 1424,9nm dengan standard deviasi pengukuran 1238,6. Standar deviasi menunjukkan nilai toleransi pengukuran terhadap tingkat kesalahan. Semakin tinggi nilai deviasi maka semakin tinggi pula kerelatifitasan hasil pengujian. Diameter rerata untuk dilakukan sintesis lebih lanjut diharapkan sangat halus dengan distribusi merata. Sebagai data pembanding TiO<sub>2</sub> analis akan dilihat kehalusan partikelnya dengan TiO<sub>2</sub> komersil.

#### 4.2.3 TiO<sub>2</sub> Komersil



**Gambar 4.4** Hasil pengujian *particle size analyzer* sampel awal TiO<sub>2</sub> komersil dengan pendekatan nilai intensitas partikel.

Data referensi : - besar partikel rerata : 462 nm

- standard deviasi pengujian : 337,6

- temperatur pengujian : 25°C

#### 4.2.4 Ukuran Partikel TiO<sub>2</sub> Komersil

Data hasil pengujian menunjukkan TiO<sub>2</sub> kosmetik Merck memiliki rentang diameter yang cenderung seragam yaitu antara 75,8 – 1479 nm. Rentang diameter yang tidak panjang memberikan informasi bahwa partikel memiliki tingkat kekasaran rendah. Dari tabel dan grafik dapat kita perhatikan distribusi partikel terbanyak didefinisikan oleh rentang antara 100 – 1000nm. Distribusi merata juga dapat memberikan informasi bahwa partikel cukup homogen dalam ukuran dan distribusi. Tolak ukur penelitian didapat dengan membandingkan kedua partikel pada sub bab berikutnya.

Diameter rerata pengujian didapat adalah 462 nm dengan standard deviasi pengukuran 337,6. Dari suatu pengujian diharapkan standard deviasi yang kecil hingga dibawah seratus. Untuk pengujian PSA ini memang standard deviasi tergantung dari jenis partikel yang akan diuji. Tingkat kehalusan partikel kosmetik ini juga cukup baik untuk direduksi ukuran partikel melalui mekanisme penggilingan dengan waktu dan kecepatan tertentu.

Dari data dan analisa diatas dapat disimpulkan bahwa TiO<sub>2</sub> kosmetik dengan rerata diameter 462 nm dengan standard deviasi pengukuran 337,6 memiliki sifat distribusi partikel dan tingkat kekasaran yang lebih seragam bila dibandingkan dengan TiO<sub>2</sub> analis dengan rerata diameter 1424,9 nm standard deviasi mencapai 1238,6.

Dalam penelitian sintesis nanofluida akan digunakan partikel TiO<sub>2</sub> kosmetik Merck dengan memperhatikan tingkat persentasi volume partikel dan nantinya akan lebih ditekankan pada kemampuan serta keefektifan reduksi ukuran dengan metode penggilingan menggunakan planetary ball mill dengan pengujian dilakukan adalah pengukuran besar partikel setelah reduksi, distribusi partikel, dan peningkatan konduktivitas termal nanofluida terhadap fluida awalnya.

### 4.3 Hasil Sintesis Nanofluida

Berdasarkan hasil penelitian sebelumnya, dapat dibentuk sebuah suspensi stabil dari sebuah partikel didalam fluida pelarut dengan kestabilan tinggi memanfaatkan pengecilan butir partikel hingga ukuran dibawah 100nm.

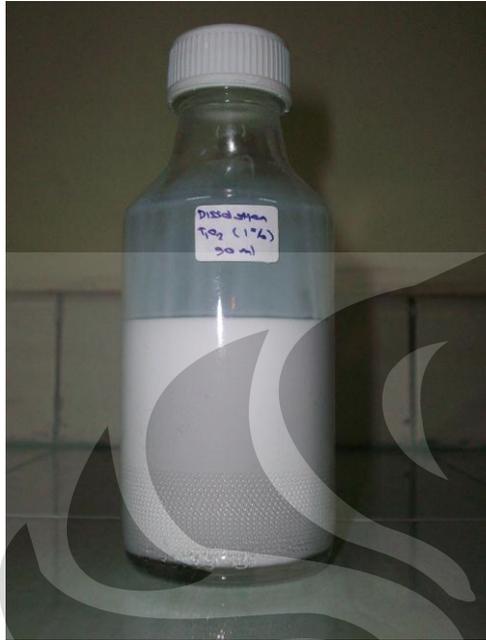
Kecepatan putar dalam satuan rpm memiliki kontribusi penting untuk menghasilkan partikel yang lebih halus. Menurut literatur<sup>(16)</sup> yang didapat kecepatan putaran pada *planetary ball mill* akan meningkatkan kecepatan putar bola didalam vial sehingga mempertinggi kontak permukaan antara bola pereduksi dengan partikel. Meningkatnya kecepatan putar juga akan memberikan gaya impak lebih besar kepada material, sehingga bentuk kristalin material akan perlahan berubah menjadi amorfus. Amorfus sendiri merupakan indikasi bahwa material kehilangan keteraturan dalam bentuk kristalnya dan cenderung memisahkan diri dalam bentuk metastabil yang tidak lagi memiliki keteraturan awal.

Waktu untuk sintesis nanofluida TiO<sub>2</sub> ini ditentukan adalah 30 jam, 60 jam, dan 120 jam. Sejauh ini peneliti baru melakukan penelitian dengan total waktu milling 31 jam dengan waktu efektif penggilingan adalah 15,5 jam. Berdasarkan uji tingkat kehalusan partikel sebelum milling diketahui partikel digunakan memiliki rerata besar partikel adalah 462 nm. Uji yang sama akan dilakukan untuk mengetahui keefektifan waktu milling setelah sintesis dilakukan.

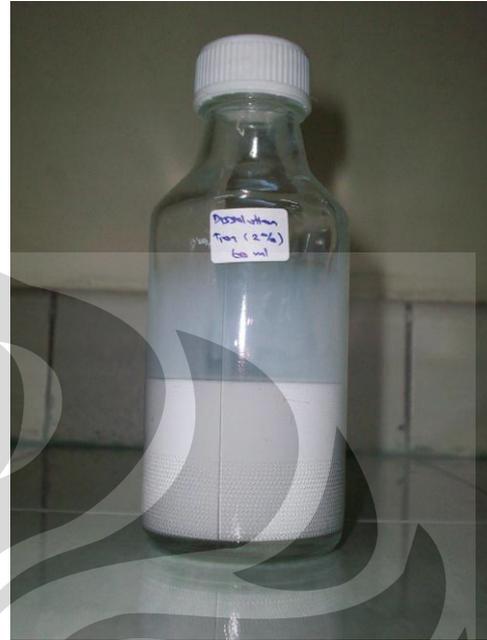
Nanofluida hasil sintesis yang didapat peneliti memiliki keteraturan dalam bentuk persentase volume. Pada milling awal preparasi sampel yang kami siapkan adalah 15% vol/vol, atau melarutkan 55,5 gram TiO<sub>2</sub> didalam pelarut air distilasi sebanyak 85 ml, sehingga didapat total volume adalah 100ml. Setelah dilakukan milling selama 31 jam hasil sintesis dilakukan *dissolution* atau pengenceran ke presentasi volume 1%, 2%, 3%, 4%, 5%, 6%, 8%, dan 10%.

Presentasi volume didapat bukanlah presentasi volume aktual dimana jumlah nanopartikel terlarut adalah 1%, 2%, dan seterusnya. Karena salah satu kendala hasil pengenceran adalah tersebarnya partikel yang berukuran dibawah 100nm tidak merata ke tiap presentase volumenya. Cara tepat untuk mengetahui

konsentrasi aktual partikel nano terdapat didalam setiap presentasi volumenya adalah dengan melakukan pengujian distribusi besar partikel.



(a)



(b)



(c)



(d)



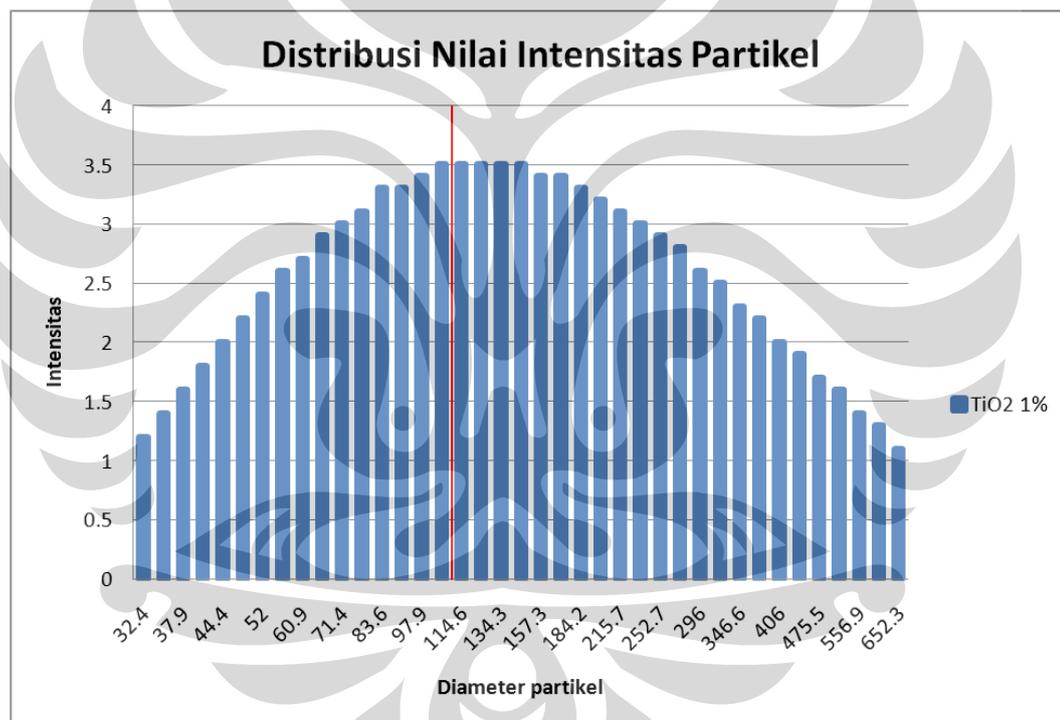
**Gambar 4.5** Foto hasil sintesis nanofluida: (a) 1%, (b) 2%, (c) 3%, (d) 4%, (e) 5%, (f) 6%, (g) 8%, dan (h) 10%. Waktu tahan Sembilan hari dengan penstabilan ultrasonik.

Foto pada gambar 4.7 diambil pada waktu tahan tujuh hari kestabilan nanofluida setelah pembersihan dengan ultrasonik, atau Sembilan hari setelah proses milling. Jumlah volume tiap presentasi berbeda karena nanofluida awal

yang terbentuk terbatas volumenya. Jadi peneliti harus membagi 100ml nanofluida  $\text{TiO}_2$  menjadi delapan persentase volume. Sebagai contoh untuk nanofluida 10% volume diambil dari 15ml nanofluida 15% vol/vol dengan penambahan 7,5 ml air distilasi. Langkah berikutnya adalah dicampurkan didalam labu pereaksi agar terjadi suspensi stabil dan dilakukan penstabilan dengan ultrasonik dua hari setelahnya.

#### 4.4 Ukuran Partikel Hasil Sintesis Nanofluida

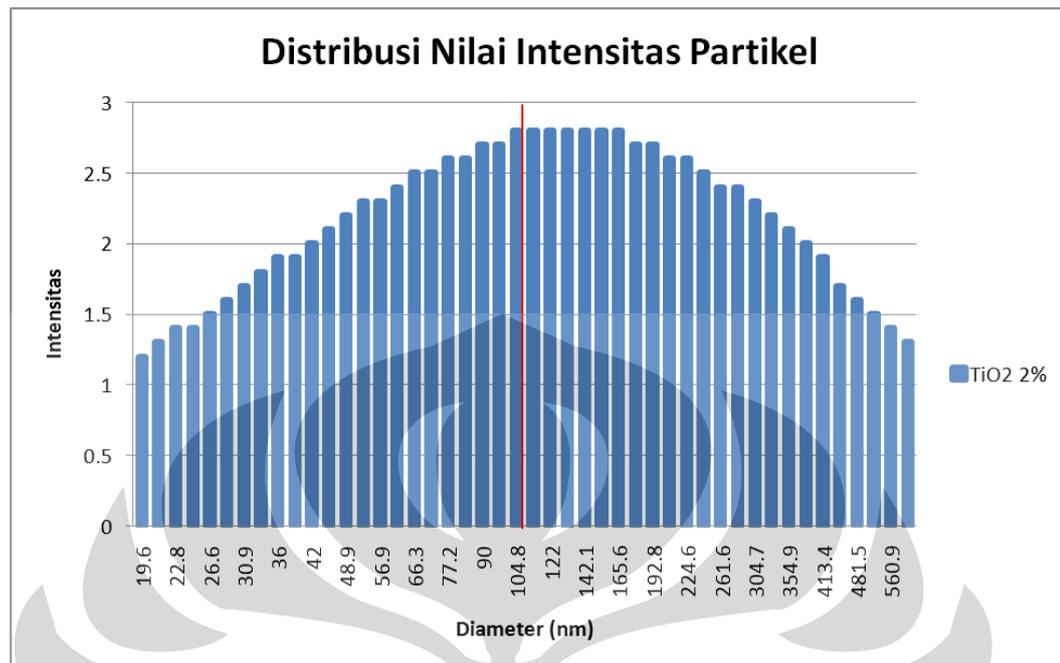
##### 4.4.1 *Dissolution* $\text{TiO}_2$ 1% vol/vol



**Gambar 4.6** Ukuran partikel  $\text{TiO}_2$  1% vol/vol berdasarkan pendekatan nilai intensitas partikel

Distribusi partikel terletak pada rentang diameter 32,4 – 652,3 nm, standard deviasi pengujian 114,4 dan temperatur pengujian 25°C. Partikel nano stabil terbentuk pada rentang diameter 32,4 – 105,9 nm dengan persentase total partikel nano 40,4%.

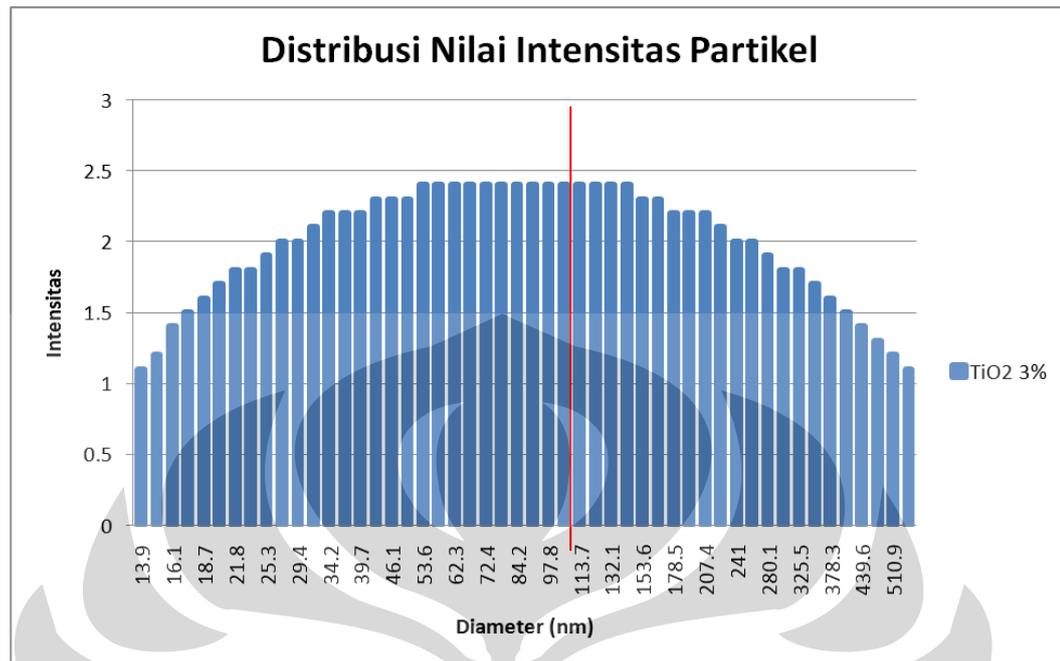
#### 4.4.2 Dissolution TiO<sub>2</sub> 2% vol/vol



**Gambar 4.7** Ukuran partikel TiO<sub>2</sub> 2% vol/vol berdasarkan pendekatan nilai intensitas partikel

Distribusi partikel terletak pada rentang diameter 19,6 – 605,3 nm, standard deviasi pengujian 142,7 dan temperatur pengujian 25°C. Partikel nano stabil terbentuk pada rentang diameter 19,6, – 104,8 nm dengan persentase total partikel nano 47,4%.

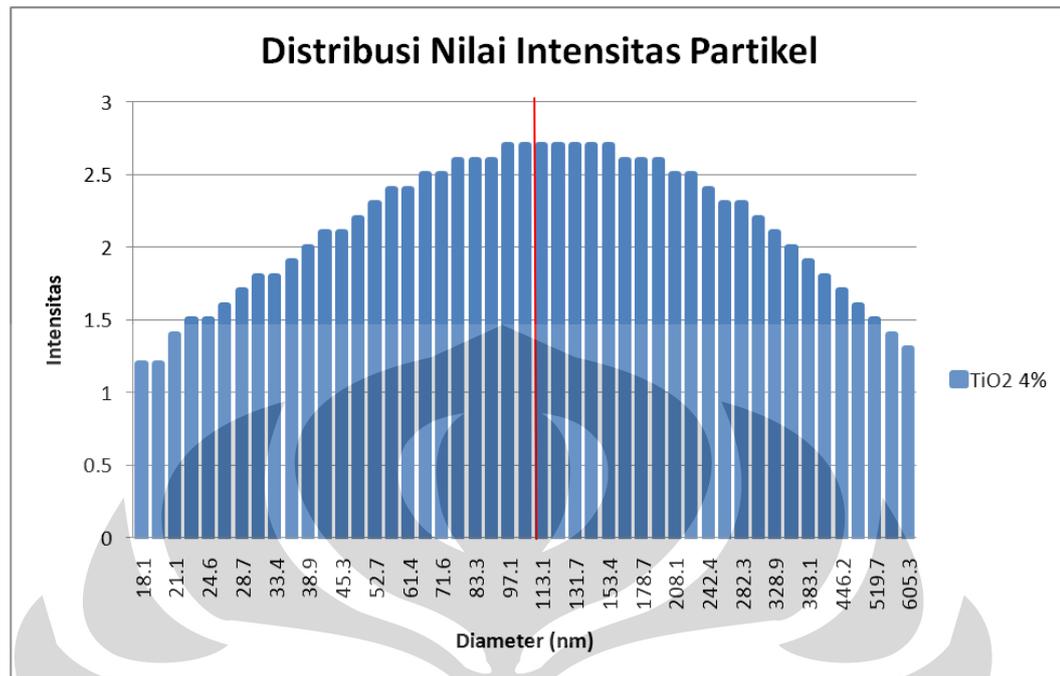
#### 4.4.3 Dissolution TiO<sub>2</sub> 3% vol/vol



**Gambar 4.8** Ukuran partikel TiO<sub>2</sub> 3% vol/vol berdasarkan pendekatan nilai intensitas partikel.

Distribusi partikel terletak pada rentang diameter 13,9 – 510,9 nm, standard deviasi pengujian 128,4 dan temperatur pengujian 25°C. Partikel nano stabil terbentuk pada rentang diameter 13,9 – 105,5 nm dengan persentase total partikel nano 57,6%

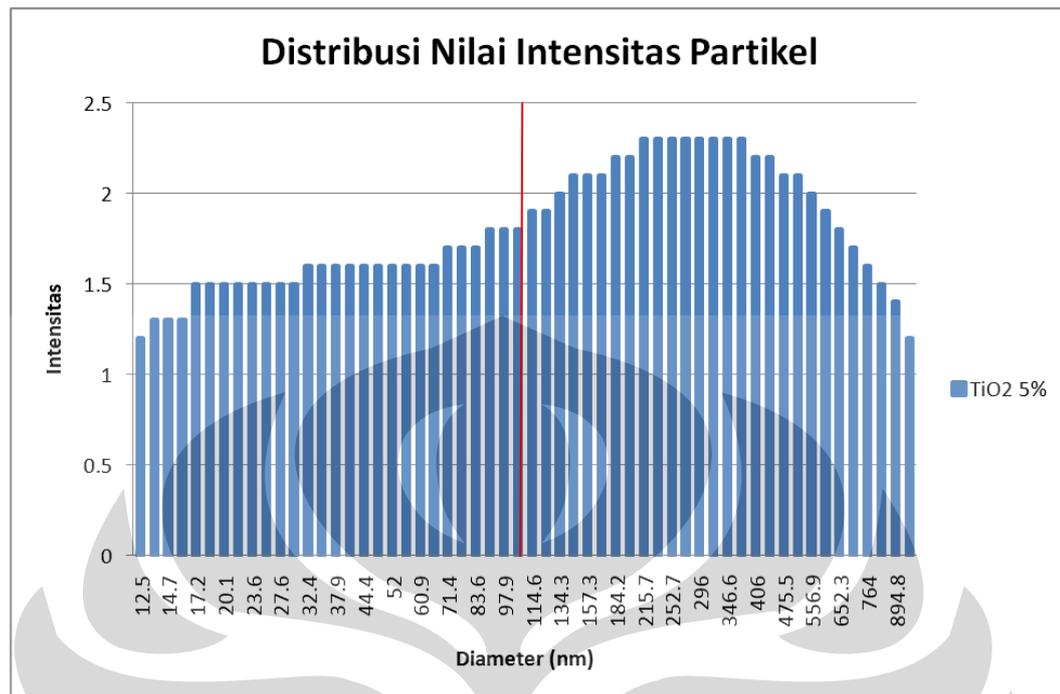
#### 4.4.4 Dissolution TiO<sub>2</sub> 4% vol/vol



**Gambar 4.9** Ukuran partikel TiO<sub>2</sub> 4% vol/vol berdasarkan pendekatan nilai intensitas partikel.

Distribusi partikel terletak pada rentang diameter 18,1 – 605,3 nm, standard deviasi pengujian 142,8 dan temperatur pengujian 25°C. Partikel nano stabil terbentuk pada rentang diameter 13,9 – 104,8 nm dengan persentase total partikel nano 49,3%.

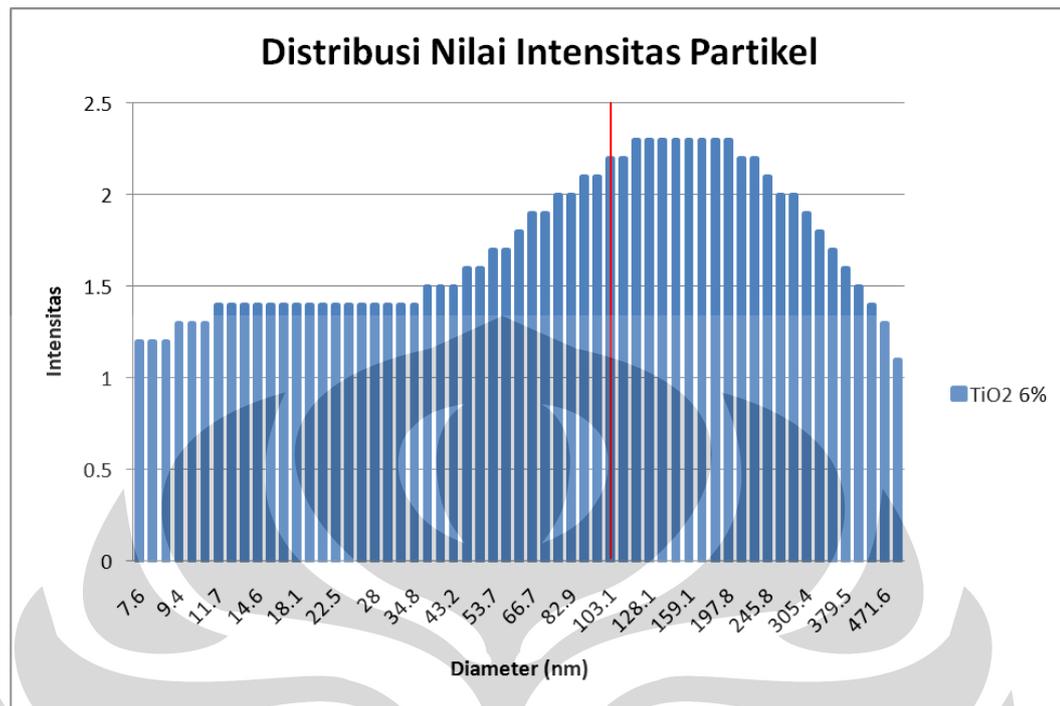
#### 4.4.5 Dissolution TiO<sub>2</sub> 5% vol/vol



**Gambar 4.10** Ukuran partikel TiO<sub>2</sub> 5% vol/vol berdasarkan pendekatan nilai intensitas partikel.

Distribusi partikel terletak pada rentang diameter 12,5 – 894,8 nm, standard deviasi pengujian 123,7 dan temperatur pengujian 25°C. Partikel nano stabil terbentuk pada rentang diameter 12,5 – 105,9 nm dengan persentase total partikel nano 43,6%.

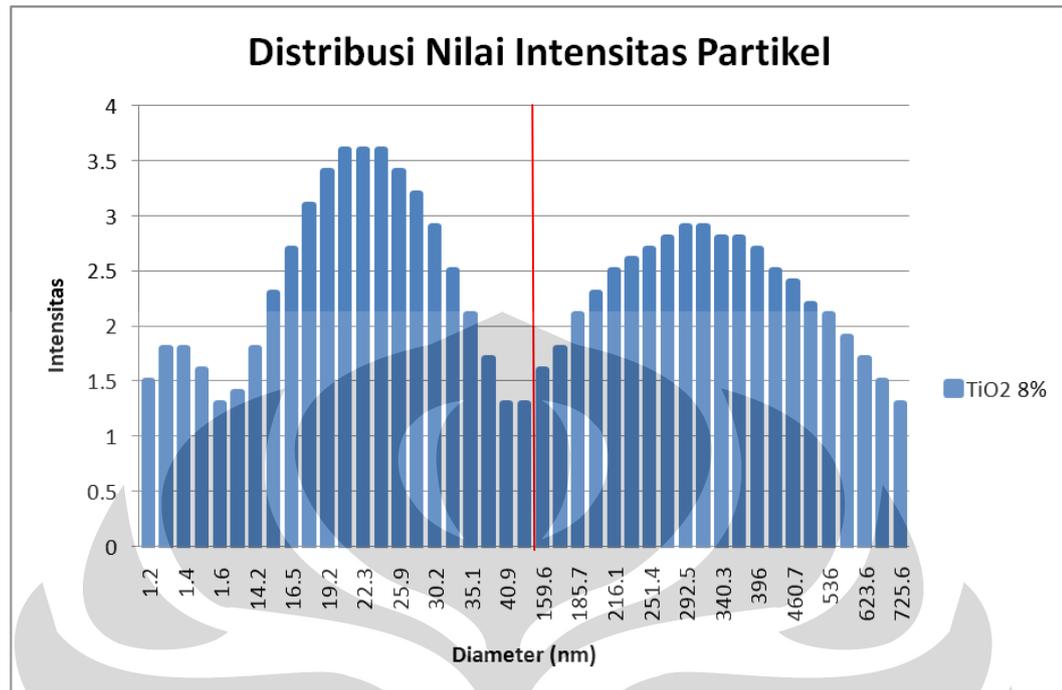
#### 4.4.6 Dissolution TiO<sub>2</sub> 6% vol/vol



**Gambar 4.11** Ukuran partikel TiO<sub>2</sub> 6% vol/vol berdasarkan pendekatan nilai intensitas partikel.

Distribusi partikel terletak pada rentang diameter 7,6 – 471,6 nm, standard deviasi pengujian 4,1 dan temperatur pengujian 25°C. Partikel nano stabil terbentuk pada rentang diameter 7,6 – 103,1 nm dengan persentase total partikel nano 57%.

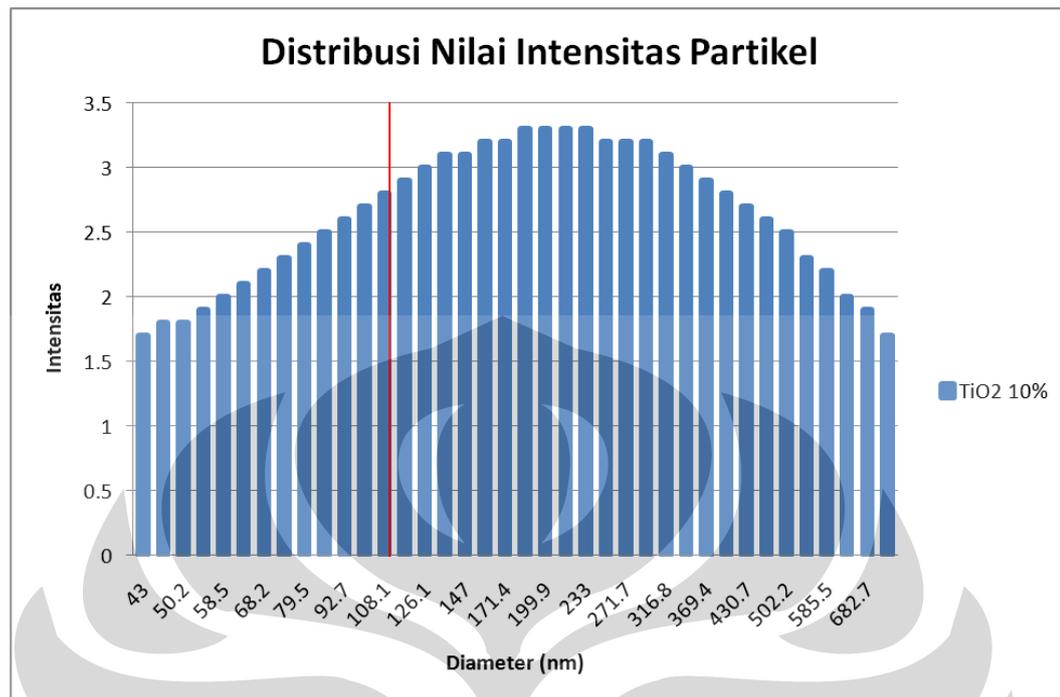
#### 4.4.7 Dissolution TiO<sub>2</sub> 8% vol/vol



**Gambar 4.12** Ukuran partikel TiO<sub>2</sub> 8% vol/vol berdasarkan pendekatan nilai intensitas partikel.

Distribusi partikel terletak pada rentang diameter 1,2 – 725,6 nm, standard deviasi pengujian 7,2 dan temperatur pengujian 25°C. Partikel nano stabil terbentuk pada rentang diameter 1,2 – 40,9 nm dengan persentase total partikel nano 50,6%.

#### 4.4.8 Dissolution TiO<sub>2</sub> 10% vol/vol



**Gambar 4.13** Ukuran partikel TiO<sub>2</sub> 10% vol/vol berdasarkan pendekatan nilai intensitas partikel.

Distribusi partikel terletak pada rentang diameter 43 – 682,7 nm, standard deviasi pengujian 177,9 dan temperatur pengujian 25°C. Partikel nano stabil terbentuk pada rentang diameter 43 – 108,1 nm dengan persentase total partikel nano 28,8%.

#### 4.4.9 Analisa Partikel TiO<sub>2</sub> Terlarut

Setelah melakukan semua pengujian keseluruhan sampel TiO<sub>2</sub> hasil sintesis peneliti dapat melakukan analisa lebih lanjut kecenderungan dari nanofluida yang terbentuk terhadap sifat: (1) diameter, (2) banyaknya partikel nano terbentuk, dan (3) konsentrasi aktual partikel nano. Tabel 4.11 dibawah menunjukkan data hasil pengukuran berbagai persentase sampel setelah pengujian.

**Tabel 4.1** Perbandingan data hasil pengujian *Particle Size Analyzer* keseluruhan sampel TiO<sub>2</sub> setiap persentasenya. Dilakukan menggunakan pendekatan nilai intensitas partikel.

Konsentrasi	Konsentrasi Aktual	Rerata diameter	Persentase Ukuran nano ukuran < 100 nm
TiO <sub>2</sub> 1%	0,4%	114 nm	40,4%
TiO <sub>2</sub> 2%	0,94%	83,6 nm	47,4%
TiO <sub>2</sub> 3%	1,71%	74,1 nm	57,6%
TiO <sub>2</sub> 4%	1,98%	85,6 nm	49,3%
TiO <sub>2</sub> 5%	2,18%	123,7 nm	43,6%
TiO <sub>2</sub> 6%	3,36%	60,7 nm	57%
TiO <sub>2</sub> 8%	4,05%	82,7 nm	50,6%
TiO <sub>2</sub> 10%	2,88%	91,7 nm	28,8%

Berdasarkan studi literatur terhadap penelitian terdahulu, nanofluida dengan konsentrasi tertentu menunjukkan jumlah partikel nano yang tersuspensi didalam fluida. Dalam percobaan yang dilakukan tidaklah demikian, literatur didapat rata-rata melakukan sintesis nanofluida dengan metode *two-step process* dimana serbuk partikel nano dan proses pelarutan dilakukan terpisah. Penelitian ini menggunakan metode satu tahap dimana reduksi dan sintesis dilakukan dalam satu wadah yang sama. Oleh karena itu dalam satu nilai persentasi tidaklah mutlak jumlah partikel nano yang didapat persis dengan nilai persentasi preparasi sampel awal.

Seperti ditunjukkan oleh tabel 4.1 bagian persentase ukuran nano dapat diketahui jumlah partikel nano total yang didapat dari hasil milling. Data yang didapat memang tidaklah membentuk kecenderungan baik itu terus naik maupun

terus menurun. Tetapi data menyebar, seperti pada konsentrasi 1 – 3% jumlah partikel didapat cenderung bertambah, pada konsentrasi 4% turun, kemudian naik sampai dengan konsentrasi 6%, dan terus turun hingga konsentrasi 10%. Hal seperti ini terjadi karena pada proses sintesis nanofluida peneliti menggunakan metode pengenceran / *dissolution*, dimana dapat kita pahami mekanisme pengenceran memiliki kelemahan yaitu penyebaran partikel yang cenderung tidak merata setelah pengenceran. Kelemahan lainnya adalah mekanisme ini akan membuang sejumlah kuantitas partikel ketika pengenceran dilakukan. Dalam penelitiannya ditemukan bahwa pada dinding beaker glass maupun tabung pereaksi masih terdapat endapan partikel ataupun sisa partikel yang tidak ikut terbawa ke dalam fluida. Hipotesa kuat bahwa partikel yang tertinggal sangat mungkin memiliki ukuran nano.

Tabel 4.1 juga memberikan informasi kepada kita mengenai diameter rerata di tiap persentasinya. Prinsip pengujian PSA adalah dengan penembakan sinar laser menggunakan sudut elevasi tertentu, sehingga kelemahannya adalah semakin jenuh larutan maka akan semakin banyak nilai difraksi sinar pergi terhadap sinar datang. Bahkan sampel diatas 6% yang kami uji memiliki standard deviasi pengujian yang cukup tinggi yakni diatas 120. Tetapi informasi yang didapatkan juga valid karena telah proses analisa dilakukan dengan pendekatan intensitas dimana ukuran partikel dijumlah dan dirata-rata setiap kali ditemukan diameter dengan besar sama. Penyebaran besar diameter didapat juga tidak memiliki pola tertentu dan cenderung acak. Dari konsentrasi 1-3% rerata diameter terus mengalami pengecilan tetapi naik pada persentase 4 & 5%, konsentrasi 6% menunjukkan nilai rerata diameter terkecil dengan ukuran 60,7 nm, dan terus naik rerataanya pada 8% 82,7 nm dan 10% 91,7 nm.

Berangkat dari tujuan penelitian yaitu ingin mengetahui kemampuan *planetary ball mill* dalam mensintesis nanofluida hasil terpenting yang harus peneliti dapatkan salah satunya adalah konsentrasi aktual di setiap presentasi. Konsentrasi aktual sendiri menunjukkan jumlah partikel nano yang benar-benar terdapat dalam ukuran <100 nm pada saat pengujian. Memang masalah agregasi, aglomerasi, dan *clustering* bisa jadi membentuk partikel nano yang tidak stabil

keukuran yang lebih besar. Tetapi dari hasil pengujian kita dapat mengetahui dengan pasti hasil tersebut melalui data yang tersaji. Pada setiap persentasenya kita dapat melihat ada pola yang terbentuk dari konsentrasi aktual terbentuk, yaitu cenderung naik. Hal ini menunjukkan bahwa semakin banyak kita menambahkan partikel sampai persentase optimum tertentu, maka akan semakin banyak partikel nano yang didapatkan melalui mekanisme sintesis nanofluida menggunakan *planetary ball mill*.

Pada tabel 4.1 bagian konsentrasi aktual kita dapat lihat untuk konsentrasi 1 – 8% akan didapat konsentrasi aktual yang terus memberikan peningkatan jumlah partikel nano terlarut didalam fluida. Hanya pada persentase 10% sajalah nilainya akan turun. Pada proses pengujian untuk nanofluida dengan persentase 10% diketahui tingkat partikel sendiri terlalu pekat sehingga sulit untuk dilakukan pembacaan. Harus diulangi beberapa kali dan kalibrasi untuk bisa mendeteksi jumlah partikel nano didalam nanofluida konsentrasi 10%.

#### **4.5 Konduktivitas Termal Partikel TiO<sub>2</sub>**

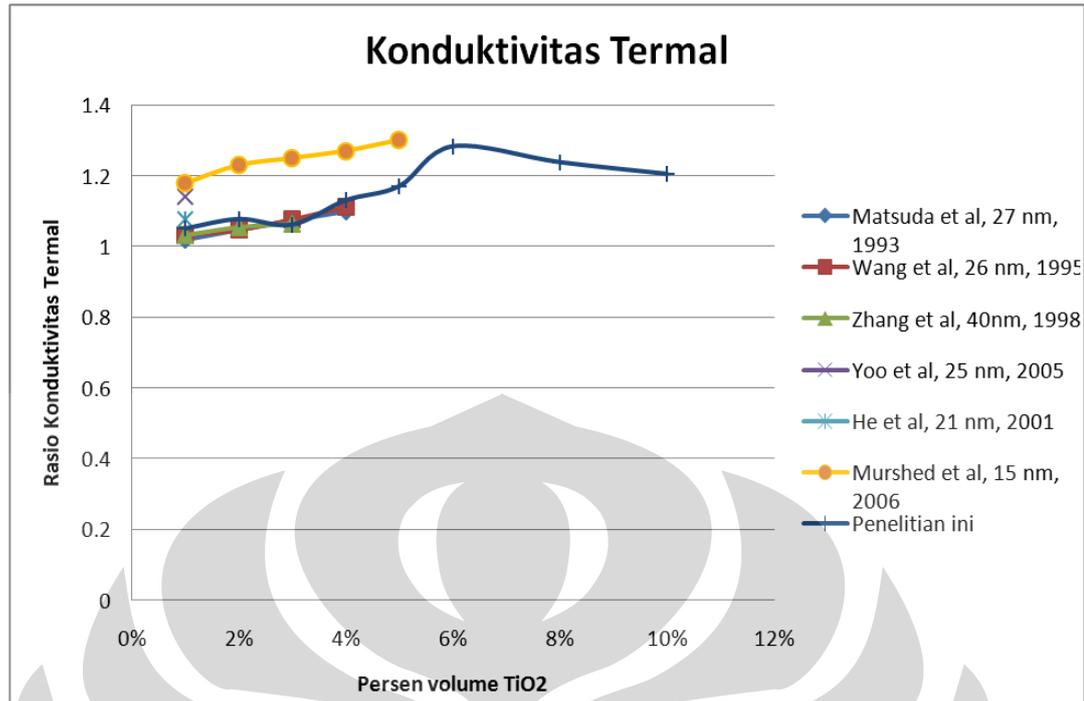
Konduktivitas termal dari sebuah nanofluida mutlak diperlukan sebagai data acuan peningkatan tingkat transfer panas bila dibandingkan dengan fluida dasarnya. Penelitian ini menggunakan fluida dasar air distilasi dengan nilai konduktivitas termal  $0,6 \text{ Wm}^{-1}\text{C}^{-1}$ . Pengujian konduktivitas termal dilakukan di laboratorium kimia Departemen Metalurgi dan Material, Fakultas Teknik, Universitas Indonesia dengan menggunakan alat KD-2.

Mekanisme pengujian adalah dengan mengambil sejumlah volume nanofluida, dan kemudian alat KD-2 yang memiliki jarum sebagai sensor pemberi sejumlah perubahan intensitas panas melalui konversi elektrik dicelupkan hingga terendam selama jangka waktu tertentu. Hasil didapat merupakan tingkat konduktivitas termal partikel dalam fluida dengan satuan  $\text{Watt/m}^{\circ}\text{C}$ . Pengujian konduktivitas termal dilakukan tiga kali untuk setiap persentase volumenya agar didapat tingkat keakuratan yang lebih tinggi.

**Tabel 4.2** Data nilai pengujian konduktivitas termal nanofluida menggunakan alat KD-2 diukur pada temperatur ruang 25-27°C.

TiO <sub>2</sub>	Pengujian I	Pengujian II	Pengujian III	Rerata	Peningkatan Konduktivitas Termal
1%	0.61	0.65	0.63	0.63	1.05
2%	0.63	0.66	0.65	0.64	1.07
3%	0.63	0.64	0.64	0.63	1.06
4%	0.66	0.68	0.7	0.68	1.13
5%	0.68	0.71	0.73	0.71	1.18
6%	0.74	0.77	0.8	0.77	1.28
8%	0.76	0.75	0.72	0.75	1.23
10%	0.72	0.73	0.72	0.73	1.21

Berdasarkan hasil pengujian diketahui bahwa konduktivitas termal nanofluida akan terus meningkat seiring dengan bertambahnya volume partikel terlarut hingga titik optimumnya. Peningkatan konduktivitas termal berkaitan erat dengan jumlah konsentrasi aktual nanofluida terbentuk disetiap persentase volume. Meningkatnya tingkat konsentrasi aktual nanofluida maka akan meningkat pula nilai konduktivitas termal larutan. Perbedaannya adalah untuk konduktivitas termal mencapai titik optimum dikonsentrasi TiO<sub>2</sub> 6% vol/vol. Kemudian turun kembali walaupun tidak jauh berbeda dengan titik optimumnya.



**Gambar 4.14** Perbandingan nilai konduktivitas termal hasil penelitian dengan beberapa literatur nanofluida TiO<sub>2</sub>

Untuk partikel TiO<sub>2</sub> 1% vol/vol kita lihat persen peningkatan terjadi adalah 5%, literatur penelitian dari Wang et al, Yoo et al, He et al, dan Murshed et al bahkan menunjukkan persentase yang lebih tinggi untuk konsentrasi ini. Hasil yang peneliti dapatkan sebenarnya tidaklah melenceng jauh dan cukup akurat. Dengan rerata diameter 114 nm dan besar partikel yang masih terhitung heterogen nilai peningkatan 5% cukup baik dan seharusnya dapat ditingkatkan lagi.

Partikel TiO<sub>2</sub> 2% vol/vol persen peningkatan terjadi adalah 7,7%, berdasarkan literatur dari Wang et al, He et al, dan Murshed et al juga tetap menunjukkan persentase yang lebih tinggi dibandingkan dengan peningkatan konduktivitas termal hasil pengujian. Hasil penelitian dengan rerata diameter 83,6 nm yang peneliti dapatkan sudah cukup akurat dan dapat dipertanggungjawabkan. Dengan asumsi persebaran partikel yang juga masih cenderung heterogen, seharusnya peningkatan dapat dimaksimalkan lagi dengan mereduksi ukuran partikel lebih tinggi lagi atau dengan menambahkan sejumlah dispersan.

Partikel  $\text{TiO}_2$  3% vol/vol persen peningkatan terjadi adalah 6,1% atau turun 1,6% dari partikel 2%. Hal ini dapat disebabkan karena kondisi aktual pada saat pengujian dimana partikel terukur bukanlah pada titik partikel nanonya, atau bisa juga sedikit banyak terjadi aglomerasi pada persentase ini. Seharusnya menurut literatur dari Murshed et al peningkatan bisa terjadi hingga 25,5% dari fluida awalnya. Analisa lain yang bisa dilakukan adalah bahwa tingkat heterogenitas partikel dengan distribusi besar partikel yang panjang juga menjadi salah satu penyebabnya.

Untuk partikel  $\text{TiO}_2$  4 – 6% vol/vol berturut-turut peningkatan konduktivitas termalnya adalah 13,3%, 17,7%, dan 28,3%. Menurut penelitian Murshed et al pada konsentrasi partikel nano 5% vol/vol peningkatan konduktivitas termal terjadi bisa mencapai 30%. Tetapi peneliti mendapatkan nilai tertinggi pada konsentrasi 6% vol/vol yaitu 28,3%. Seperti telah dijelaskan diatas bahwa salah satu kelemahan dari metode pengenceran adalah tersebarnya partikel dengan ukuran nano cenderung tidak merata disetiap bagiannya. Tetapi hasil pengujian PSA menunjukkan bahwa konsentrasi 6% vol/vol memiliki nilai rerata ukuran partikel terkecil yaitu 60,7 nm. Dengan tidak memperhatikan nilai heterogenitas ukuran partikel dapat kita analisa dengan rerata terkecil ternyata peningkatan konduktivitas termal menjadi semakin tinggi.

Partikel  $\text{TiO}_2$  8 dan 10% vol/vol memiliki peningkatan nilai konduktivitas termal 23,8% dan 20,5% atau turun dari optimumnya dititik 6% vol/vol. Dengan melihat rerata diameter konsentrasi ini yaitu 82,7 nm dan 91,7 nm hal tersebut wajar terjadi. Jika kita telaah kembali melalui pendekatan distribusi partikel yang masih tidak homogen dan banyak partikel nano stabil yang terbentuk peneliti yakin nilai yang didapat pada penelitian dapat dipertanggungjawabkan dan ditingkatkan kembali dengan memberikan beberapa variabel tambahan untuk milling berikutnya.

## BAB V

### PENUTUP

#### 5.1 Kesimpulan

Berdasarkan penelitian dan hasil pembahasan yang telah dilakukan peneliti memperoleh beberapa kesimpulan, yaitu :

1. Sintesis nanofluida *one-step process* partikel  $\text{TiO}_2$  menggunakan *planetary ball mill* sangat potensial dilakukan, terutama dari hasil penelitian yang didapatkan yaitu dengan rerata ukuran diameter partikel dari 1 – 10% vol/vol berturut-turut adalah 114 nm, 83,6 nm, 74,1 nm, 85,6 nm, 123,7 nm, 60,7 nm, 82,7 nm, dan 91,7 nm.
2. Kemampuan berdispersi partikel  $\text{TiO}_2$  dalam media pelarut air distilasi untuk membentuk sebuah fluida nano stabil ditunjukkan oleh nilai persentase partikel ukuran dibawah 100 nm yang didapat berdasarkan hasil pengujian, yaitu : 40,4%, 47,4%, 57,6%, 49,3%, 43,6%, 57%, 50,6%, dan 28,8% untuk setiap persentase volumenya secara berurutan.
3. Berdasarkan hasil penelitian sintesis nanofluida dengan mengambil batasan konsentrasi volume dari 1 – 10% diketahui untuk pembentukan nanofluida stabil dengan kinerja pendinginan yang tinggi konsentrasi nanofluida memiliki kenaikan sifat dari 1% volume hingga titik optimumnya yaitu 6% volume dengan rerata diameter 60,7 nm dan peningkatan konduktivitas termal 28,3% dari konduktivitas termal fluida dasarnya. Konsentrasi diatas 6% volume kembali menurunkan sifat nanofluida.
4. Nilai konduktivitas termal nanofluida  $\text{TiO}_2$  hasil pengujian 1 – 10% vol/vol dari terendah hingga tertinggi adalah 0,63 sampai 0,77.

5. Persen kenaikan konduktivitas termal nanofluida  $\text{TiO}_2$  hasil penelitian dengan fluida dasarnya air distilasi untuk konsentrasi 1 – 10% vol/vol dari terendah hingga tertinggi adalah 5% sampai 28,3%.



## 5.2 Saran

Berikut merupakan beberapa poin penting yang harus diperhatikan agar pada penelitian selanjutnya didapat hasil dan data yang lebih optimal :

1. Partikel nano merupakan partikel metastabil, dimana kecenderungannya untuk membentuk partikel yang lebih besar dengan gaya Van der Waals. Oleh karenanya penting diperhatikan penggunaan dispersan pada saat sintesis yang berguna untuk memperbaiki sifat kestabilan nanofluida dan pencegahan terhadap aglomerasi, agregasi, dan *clustering*.
2. Penelitian sintesis nanofluida TiO<sub>2</sub> dengan metode pengenceran memiliki beberapa kelemahan diantaranya adalah tidak meratanya partikel ketika dilakukan pengenceran disetiap persentase volumenya. Hal ini akan berdampak terhadap distribusi besar partikel dan nilai konduktivitas termalnya.
3. Variabel waktu dan kestabilan milling adalah hal penting yang juga harus dijaga. Pada penelitian ini waktu milling total adalah 31 jam dengan kestabilan milling yang juga tidak konstan. Untuk penelitian berikut bila dilakukan dengan menjaga dua hal tersebut maka akan didapat nilai keakuratan yang lebih tinggi hasil sintesis nanofluida.

## REFERENSI

- [1]. S.U.S. Choi, *Developments and Applications of Non-Newtonian Flows*, FED-231/MD-66 (ASME, New York, 1995), p.99
- [2]. Granqvist C. G., and R. A. Buhrman (1976). *Ultrafine Metal Particles*. *Journal of Applied Physics* 47 : 22002219.
- [3]. Granqvist C. G., and O. Hunderi (1978). *Conductivity of inhomogeneous Materials : Effective-Medium Theory with Dipole-Dipole Interaction*. *Physical Review B* 18: 1554-1561.
- [4]. Ali, A., K. Vafai, and A. –R. A. Khaled (2004). *Analysis of heat and Mass Transfer between Air and Falling Film in a Cross Flow Configuration*. *International Journal of Heat and Mass Transfer* 47: 743-755.
- [5]. Assael, M. J., I. N. Metaxa, J. Arvanitidis, D. Christofilos, and C. Lioutas (2005). *Thermal Conductivity Enhancement in Aqueous Suspensions of Carbon Multi-Walled and Double-Walled Nanotubes in the presence of Two Different Dispersants*. *International Journal of Thermophysics* 26: 647-664.
- [6]. Bang, I. C., and S. H. Chang (2005). *Boiling Heat Transfer Performance and Phenomena of AL<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Water Nano-fluids from a Plain surface in a Pool*. *International Journal of Heat and Mass Transfer* 48: 2407-2419.
- [7]. W. Yu, D.M. France, S. U. S. Choy, and J. L. Roubort, *Review and Assessment of Nanofluid Technology for Transportation and Other Applications*. International Journal of Argonne National Laboratory IL 60439, USA.
- [8]. Sarit K. Das, Stephen U. S. Choi, Wenhua Yu, T. Pradeep. *Nanofluids Science and Technology*. John Wiley & Sons, USA.
- [9]. N. Yao and Z. L. Wang (eds), *Handbook of Microscopy for Nanotechnology*, Kluwer Academic Publishers, Boston (2005).

- [10]. [http://en.wikipedia.org/wiki/Ball\\_mill](http://en.wikipedia.org/wiki/Ball_mill) (diakses tanggal 2/12/2009 pukul 13.30 WIB).
- [11]. <http://ruby.colorado.edu/~smyth/min/images/rutile.gif&imgrefurl> (diakses tanggal 17/11/2009).
- [12]. <http://www.geneq.com/catalog/en/pbm.html> (diakses tanggal 15/11/2009 pukul 09.00 WIB).
- [13] C. Beckman. *Manual Handbook of Particle Size Analyzer and Zeta potensial measurement*. Delsa Nano, 2007.
- [14]. A. Turgut, I. Tavman, M. Chirtoc, *Thermal Conductivity dan Viscosity Measurements of Water-Based TiO<sub>2</sub> Nanofluids*. International Journal Springer Science+Bussiness Media, 2009.
- [15]. C. W. Wesley, *Transport Phenomena in Nanoparticle Colloids (Nanofluids)*. Massachusetts Institute of Technology, Massachusetts 2006.
- [16]. Y. xuan and Q. Li, Heat transfer enchancement of nanofluids, *int J. Heat Fluid flow*, 21 (2000), 58 – 64.