

**STUDI AWAL REAKSI MEKANOKIMIA SERBUK $\text{La}(\text{OH})_3$ MELALUI
PROSES *MILLING* TERHADAP MORFOLOGI, KOMPOSISI KIMIA,
UKURAN PARTIKEL, DAN STRUKTUR KRISTAL**

(Skripsi)

Oleh

Sophia Yanti

2017041051



**JURUSAN FISIKA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS LAMPUNG
2024**

ABSTRAK

STUDI AWAL REAKSI MEKANOKIMIA SERBUK $\text{La}(\text{OH})_3$ MELALUI PROSES *MILLING* TERHADAP MORFOLOGI, KOMPOSISI KIMIA, UKURAN PARTIKEL, DAN STRUKTUR KRISTAL

oleh

Sophia Yanti

$\text{La}(\text{OH})_3$ telah disintesis menggunakan metode *ball milling* dengan gas hidrogen untuk mempelajari reaksi mekanokimia yang terjadi pada material. Proses *ball milling* dilakukan dengan dua set parameter. Pada set pertama, tekanan gas hidrogen sebesar 9,39 bar, massa serbuk 8 gram, kecepatan 300 RPM, dan durasi proses 14 hari dengan total waktu *milling* selama 96 jam. Pada set kedua, tekanan gas hidrogen sebesar 2,34 bar, massa serbuk 2 gram, kecepatan 600 RPM, dan durasi proses juga 14 hari dengan total waktu *milling* selama 96 jam. Selain itu, serbuk yang tidak mengalami *milling* dianalisis untuk menyelidiki morfologi dan komposisi kimia $\text{La}(\text{OH})_3$ melalui karakterisasi SEM-EDS, PSA, dan XRD. Proses mekanokimia pada serbuk $\text{La}(\text{OH})_3$ melalui *milling* menghasilkan perubahan signifikan pada morfologi, ukuran partikel, dan struktur kristal. Proses *milling* menyebabkan aglomerasi partikel namun juga menghomogenkan ukuran partikel yang awalnya terdiri dari dua populasi (100 nm dan 10.000 nm), menjadi rata-rata sekitar 344,7 nm (MT_1) dan 375,0 nm (MT_2). Selain itu, distribusi ukuran partikel menjadi lebih seragam dengan penurunan PDI. *Milling* juga mengurangi ukuran kristalit, meningkatkan mikro regangan, serta menurunkan fase $\text{La}(\text{OH})_3$ dari 94% menjadi 41%, diikuti dengan kemunculan fase La dan H_2 yang menunjukkan perubahan dalam kristalinitas material.

Kata kunci: $\text{La}(\text{OH})_3$, mekanokimia, *ball milling*, gas hidrogen.

ABSTRACT

PRELIMINARY STUDY OF THE MECHANOCHEMICAL REACTION OF $\text{La}(\text{OH})_3$ POWDER THROUGH *MILLING* PROCESS ON MORPHOLOGY, CHEMICAL COMPOSITION, PARTICLE SIZE, AND CRYSTAL STRUCTURE

by

Sophia Yanti

$\text{La}(\text{OH})_3$ was synthesized using the *ball milling* method with hydrogen gas to study the mechanochemical reactions occurring in the material. The *ball milling* process was carried out with two sets of parameters. In the first set, the hydrogen gas pressure was 9.39 bar, the powder mass was 8 grams, the speed was 300 RPM, and the process duration was 14 days with a total milling time of 96 hours. In the second set, the hydrogen gas pressure was 2.34 bar, the powder mass was 2 grams, the speed was 600 RPM, and the process duration was also 14 days with a total milling time of 96 hours. Additionally, unmilled powder was analyzed to investigate the morphology and chemical composition of $\text{La}(\text{OH})_3$ through SEM-EDS, PSA, and XRD characterization. The mechanochemical process on $\text{La}(\text{OH})_3$ powder through milling resulted in significant changes in morphology, particle size, and crystal structure. The milling process caused particle agglomeration but also homogenized the particle size, which initially consisted of two populations (100 nm and 10,000 nm), to an average of approximately 344.7 nm (MT_1) and 375.0 nm (MT_2). Furthermore, the particle size distribution became more uniform with a decrease in PDI. Milling also reduced the crystallite size, increased the microstrain, and decreased the $\text{La}(\text{OH})_3$ phase from 94% to 41%, accompanied by the appearance of La and H_2 phases, indicating changes in the material's crystallinity.

Keywords: $\text{La}(\text{OH})_3$, mechanochemistry, *ball milling*, hydrogen gas.

**STUDI AWAL REAKSI MEKANOKIMIA SERBUK $\text{La}(\text{OH})_3$ MELALUI
PROSES *MILLING* TERHADAP MORFOLOGI, KOMPOSISI KIMIA,
UKURAN PARTIKEL, DAN STRUKTUR KRISTAL**

Oleh

SOPHIA YANTI

Skripsi

Sebagai Salah Satu Syarat untuk Mencapai Gelar
SARJANA SAINS

Pada

**Jurusan Fisika
Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan
Alam Universitas Lampung**



**JURUSAN FISIKA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU
PENGETAHUAN ALAM UNIVERSITAS LAMPUNG
2024**

Judul Skripsi

: Studi Awal Reaksi Mekanokimia Serbuk $\text{La}(\text{OH})_3$ Melalui Proses *Milling* terhadap Morfologi, Komposisi kimia, Ukuran Partikel, dan Struktur Kristal

Nama Mahasiswa

: *Sophia Yanti*

Nomor Pokok Mahasiswa

: 2017041051

Jurusan

: Fisika

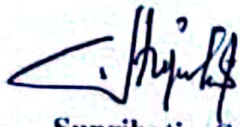
Fakultas

: Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam

MENYETUJUI

1. Komisi Pembimbing

Pembimbing I



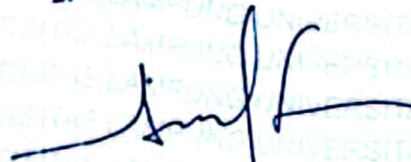
Suprihatin, S.Si., M.Si.
NIP. 197304141997022001

Pembimbing II



Prof. Dr. Ing. Andika Widya Pramono, M.Sc.
NIP.197003131989011001

2. Ketua Jurusan

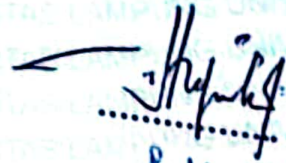


Arif Surtono, S.Si., M.Si., M.Eng.
NIP. 197109092000121001

MENGESAHKAN

1. Tim Penguji

Ketua : Suprihatin, S.Si., M.Si.



Sekretaris : Prof. Dr. Ing. Andika Widya Pramono, M. Sc.



Anggota : Dr. Sri Wahyu Suciwati S.Si., M.Si



Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam

Dr. Eng. Hori Satria, S.Si., M.Si.
NIP. 197110012005011002



Tanggal Lulus Ujian Skripsi: 12 Desember 2024

PERNYATAAN

Dengan ini saya menyatakan bahwa dalam skripsi ini tidak terdapat karya yang pernah dilakukan orang lain dan sepengetahuan saya tidak ada karya atau pendapat yang ditulis atau diterbitkan oleh orang lain kecuali yang secara tertulis diacu dalam naskah ini sebagaimana disebutkan dalam daftar pustaka. Selain itu, saya menyatakan pula bahwa skripsi ini dibuat oleh saya sendiri. Apabila ada pernyataan saya yang tidak benar, maka saya bersedia dikenai sanksi sesuai dengan hukum yang berlaku.

Bandar Lampung, 12 Desember 2024



Sophia Yanti

NPM. 2017041051

RIWAYAT HIDUP



Penulis bernama lengkap Sophia Yanti, lahir pada tanggal 27 September 2002 di Jakarta. Penulis adalah anak pertama dari dua bersaudara, dari pasangan Bapak Oktobernad Sianturi dan Ibu Ida Herawati Manik. Riwayat pendidikan penulis dimulai dari Sekolah Dasar Surya Pengharapan, yang diselesaikan pada tahun 2014. Penulis kemudian melanjutkan ke Sekolah Menengah Pertama Kristen Nasional Anglo dan lulus pada tahun 2017. Pendidikan menengah atas ditempuh di Sekolah Menengah Atas Negeri 1 Cibarusah, yang diselesaikan pada tahun 2020. Pada tahun yang sama, penulis diterima di Jurusan Fisika, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam (FMIPA), Universitas Lampung melalui jalur SBMPTN.

Selama menempuh pendidikan, penulis aktif dalam kegiatan organisasi, termasuk menjadi pengurus Himpunan Mahasiswa Fisika (HIMAFI) sebagai anggota bidang Kerumahtanggaan (KRT) pada tahun 2020–2021. Pada tahun 2021, penulis mengikuti kegiatan di Balai Pelatihan dan Pengembangan Teknologi Informasi dan Komunikasi (BPPTIK). Selain itu, penulis juga mengikuti Program Pertukaran Mahasiswa Merdeka (PMM) di Universitas Lambung Mangkurat pada tahun 2022–2023. Penulis telah menyelesaikan kegiatan Praktik Kerja Lapangan (PKL) di Pusat Riset Material Maju BRIN pada tahun 2023. Selanjutnya, penulis melakukan penelitian Tugas Akhir di bidang material dengan judul “Studi Awal Reaksi Mekanokimia Serbuk $\text{La}(\text{OH})_3$ Melalui Proses *Milling* terhadap Morfologi, Komposisi Kimia, Ukuran Partikel, dan Struktur Kristal”. Penelitian ini dilakukan di Pusat Riset Material Maju BRIN di Serpong, Tangerang Selatan.

MOTTO

KOLOSE 3 : 17

”Dan segala sesuatu yang kamu lakukan dengan perkataan atau perbuatan, lakukanlah semuanya itu dalam nama Tuhan Yesus, sambil mengucap syukur oleh Dia kepada Allah, Bapa kita.”

MAZMUR 20 : 5

“Kiranya diberikan-Nya kepadamu apa yang Kau kehendaki dan dijadikan-Nya berhasil apa yang Kau rancangkan.”

2 Tawarikh 15:7

“Tetapi kamu ini, kuatkanlah hatimu, jangan lemah semangatmu, karena ada upah bagi usahamu!”

Matius 21:22

“Dan apa saja yang kamu minta dalam doa dengan penuh kepercayaan, kamu akan menerimanya.”

PERSEMBAHAN

Dengan rasa syukur kepada Tuhan Yesus Kristus, kupersembahkan karya kecil ini

kepada

**Bapak Tercinta Oktobernad Sianturi, dan Ibu Tercinta Ida Herawati
Br.Manik**

“Terimakasih untuk segala do’a dan usaha yang selalu diberikan
kepadaku serta selalu memberikan semangat dalam
menyelesaikan skripsi ini”

Keluarga besar & Sahabat-Sahabat Terdekat

Rekan-rekan seperjuangan “FISIKA FMIPA UNILA 2020”

Serta Almamater Tercinta
“Universitas Lampung”

KATA PENGANTAR

Puji syukur penulis panjatkan kehadiran Tuhan Yang Maha Esa yang telah memberikan hikmat, karunia serta rahmat-Nya sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi yang berjudul **“Studi Awal Reaksi Mekanokimia Serbuk La(OH)₃ Melalui Proses *Milling* terhadap Morfologi, Komposisi Kimia, Ukuran Partikel, dan Struktur Kristal”** yang merupakan syarat untuk memperoleh gelar Sarjana Sains (S.Si.) pada bidang Material Jurusan Fisika Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Lampung. Skripsi ini membahas tentang studi awal reaksi mekanokimia melalui proses *milling* kemudian dikarakterisasi menggunakan SEM-EDS, PSA, dan XRD.

Penulis menyadari bahwa penyajian skripsi ini masih jauh dari kesempurnaan. Oleh karena itu, penulis mengharapkan kritik dan saran yang membangun dari berbagai pihak demi perbaikan dan penyempurnaan skripsi ini. Semoga skripsi ini dapat menjadi rujukan untuk penelitian selanjutnya agar lebih sempurna dan dapat memperkaya ilmu pengetahuan.

Bandar Lampung, 12 Desember 2024

Sophia Yanti
NPM. 2017041051

SANWACANA

Puji syukur penulis panjatkan ke hadirat Tuhan Yesus Kristus yang telah memberikan hikmat, karunia serta rahmat-Nya sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi yang berjudul **“Studi Awal Reaksi Mekanokimia Serbuk La(OH)₃ Melalui Proses *Milling* terhadap Morfologi, Komposisi Kimia, Ukuran Partikel, dan Struktur Kristal”**. Terwujudnya skripsi ini tidak lepas dari bantuan berbagai pihak. Dengan segala kerendahan hati dan rasa hormat, penulis mengucapkan terima kasih kepada:

1. Ibu Suprihatin, S.Si., M.Si. selaku Pembimbing Pertama yang telah banyak memberikan bimbingan, nasihat serta ilmunya.
2. Prof. Dr. Ing. Andika Widya Pramono, M.Sc. selaku Pembimbing Kedua yang telah memberikan saran, masukan dan arahan dalam penelitian dan penulisan skripsi ini.
3. Ibu Dr. Sri Wahyu Suciwati, S.Si., M.Si. selaku Penguji yang telah memberikan koreksi dan masukan selama penulisan skripsi.
4. Bapak Arif Surtono, S.Si., M.Si., M.Eng. selaku Ketua Jurusan Fisika FMIPA Universitas Lampung sekaligus Pembimbing Akademik yang memberikan masukan-masukan selama masa studi di Jurusan Fisika.
5. Bapak Pimpinan Pusat Riset Material Maju BRIN Serpong, Tangerang Selatan yang telah mengizinkan untuk melakukan penelitian.

6. Seluruh dosen Fisika FMIPA UNILA yang telah memberikan ilmu selama menempuh studi S1 di Fisika FMIPA UNILA.
7. Staf administrasi Jurusan FMIPA yang telah membantu dalam urusan administrasi selama menempuh studi S1 Fisika.
8. Kedua orang tuaku tercinta Bapak Oktobernad Sianturi dan Ibu Ida Herawati Manik yang selalu memberikan cinta kasih, dukungan, pengorbanan dan do'a untuk penulis.
9. Saudara tak sedarahku Taris Wulan Sari KA, Fitri, Sutiana, dan Putri Ambar yang selalu ada di saat senang dan susah serta menjadi salah satu alasan penulis bisa bertahan melalui masa perkuliahan ini dengan baik sampai selesai.

Semoga Tuhan Yang Maha Esa membalas kebaikan dengan hal yang lebih baik.

Amin,

Bandar Lampung, 12 Desember 2024

Sophia Yanti

DAFTAR ISI

	Halaman
ABSTRAK	i
ABSTRACT	ii
HALAMAN JUDUL	iii
LEMBAR PERSETUJUAN	iv
LEMBAR PENGESAHAN	v
LEMBAR PERNYATAAN	vi
RIWAYAT HIDUP	v
MOTTO	vi
PERSEMBAHAN	vii
KATA PENGANTAR	viii
SANWACANA	x
DAFTAR ISI	xi
DAFTAR GAMBAR	xvi
DAFTAR TABEL	xv
I. PENDAHULUAN	
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Rumusan Masalah.....	7
1.3 Tujuan Penelitian	8

1.4	Batasan Masalah	8
1.5	Manfaat Penelitian	9
II. TINJAUAN PUSTAKA		
2.1	Mekanokimia	10
2.2	Teknik <i>Milling</i>	14
2.3	<i>Scanning Electron Microscope-Energy Dispersive X-Ray Spectroscopy</i> (SEM-EDS)	16
2.4	<i>Particle Size Analysis</i> (PSA).....	18
2.5	<i>X-Ray Diffraction</i> (XRD)	21
III. METODE PENELITIAN		
3.1	Waktu dan Tempat Penelitian.....	26
3.2	Alat dan Bahan Penelitian.....	26
3.2.1	Alat penelitian	26
3.2.2	Bahan Penelitian	26
3.3	Prosedur Penelitian	27
3.3.1	Penggilingan Sampel.....	27
3.3.2	Prosedur Setelah penggilingan Serbuk.....	28
3.3.3	Prosedur untuk Serbuk yang tidak di <i>Milling</i>	28
3.4	Diagram Alir	29
IV. HASIL DAN PEMBAHASAN		
4.1	Perubahan Tekanan Hidrogen Selama Penggilingan Bola.....	32
4.2	Hasil Karakterisasi	39
4.2.1	Hasil Karakterisasi SEM-EDS Sampel MT ₀	39
4.2.2	Hasil Karakterisasi SEM-EDS Sampel MT ₁	41
4.2.3	Hasil Karakterisasi SEM-EDS Sampel MT ₂	42
4.3	Hasil Karakterisasi PSA.....	47
4.3.1	Hasil Karakterisasi PSA Sampel MT ₀	49
4.3.2	Hasil Karakterisasi PSA Sampel MT ₁	49
4.3.3	Hasil Karakterisasi PSA Sampel MT ₂	51
4.4	Hasil karakterisasi XRD	55
V. KESIMPULAN DAN SARAN		

5.1	Kesimpulan	66
5.2	Saran	68

DAFTAR PUSTAKA

LAMPIRAN

DAFTAR GAMBAR

	Halaman
Gambar 2.1 Skema gerakan bola dalam <i>Planetaryball milling</i> (a) cascading,14	
Gambar 2.2 Skema Peralatan Optik SEM (Setianingsih, 2017)16	
Gambar 2.3 Hitachi-S5200 (Egerton, 2005)18	
Gambar 2.4 Prinsip kerja PSA (Sumber : PT.Andaru Persada Mandiri)20	
Gambar 2.5 Ilustrasi prinsip kerja XRD (Jamaluddin, 2010)22	
Gambar 2.6 Hukum Bragg (Callister <i>and</i> Rethwisch,2009)23	
Gambar 3.1 Diagram alir serbuk La(OH) ₃ MT ₀29	
Gambar 3.2 Diagram alir preparasi <i>milling</i> MT ₁30	
Gambar 3.3 Diagram alir preparasi <i>milling</i> MT ₂31	
Gambar 4.1 Polinomial <i>ball mill</i> MT ₁ n = 3.35	
Gambar 4.2 Polinomial <i>ball mill</i> MT ₁ n = 4.35	
Gambar 4.3 Polinomial <i>ball mill</i> MT ₂ n=337	
Gambar 4.4 Polinomial <i>ball mill</i> MT ₂ n = 4.37	
Gambar 4.5 Hasil karakterisasi SEM sampel MT ₀ 800 kali dan 5000 kali.....40	
Gambar 4.6 Hasil karakterisasi EDS sampel MT ₀40	
Gambar 4.7 Hasil karakterisasi SEM sampel MT ₁ 800 kali dan 5.000 kali41	
Gambar 4.8 Hasil karakterisasi EDS sampel MT ₁42	
Gambar 4.9 Hasil karakterisasi SEM sampel MT ₂ 800 kali dan 5000 kali.....43	
Gambar 4.10 Hasil karakterisasi EDS sampel MT ₂44	
Gambar 4.11 Hasil karakterisasi PSA sampel MT ₀48	
Gambar 4.12 Hasil karakterisasi PSA sampel MT ₁50	
Gambar 4.13 Hasil karakterisasi PSA sampel MT ₂52	
Gambar 4.14 Hasil analisis XRD (a) MT ₀ , (b) MT ₁ , dan (c) MT ₂56	
Gambar 4.15 Williamson-Hall (W-H) plots sampel MT ₀59	

Gambar 4.16 Williamson-Hall (W-H) plots sampel MT ₁	60
Gambar 4.17 William-Son -Hal (W-H) plots sampel MT ₂	61

DAFTAR TABEL

	Halaman
Tabel 3.1 Parameter percobaan <i>ball milling</i> La(OH) ₃ ditambah H ₂	27
Tabel 4.1 Statistik analisis ukuran partikel sampel MT ₀	48
Tabel 4.2 Statistik analisis ukuran partikel sampel MT ₁	49
Tabel 4.3 Statistik analisis ukuran partikel sampel MT ₂	52
Tabel 4.4 Hasil analisis XRD (a) MT ₀ , (b) MT ₁ , (c) MT ₂	56

I. PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Lantanum hidroksida $\text{La}(\text{OH})_3$ merupakan senyawa kimia yang tersusun dari unsur lantanum (La), hidrogen (H), dan oksigen (O). Senyawa ini termasuk ke dalam kelompok senyawa lantanida, yang merupakan unsur-unsur golongan lantanida dalam tabel periodik (Qiting *et al.*, 2011). $\text{La}(\text{OH})_3$ memiliki sifat basa kuat dan bersifat hidrolitik, sehingga mampu mengikat dan menarik molekul air. Sebagai senyawa basa, para ilmuwan memanfaatkan $\text{La}(\text{OH})_3$ dalam berbagai aplikasi kimia, seperti pemurnian air, produksi katalis, serta sebagai bahan baku dalam industri (Djunaidi *et al.*, 2017). Peneliti juga mengategorikan serbuk $\text{La}(\text{OH})_3$ ke dalam logam tanah jarang (LTJ) (Suganal *et al.*, 2018). Para ahli sering menyebut logam tanah jarang dengan istilah *rare earth*, karena merupakan sumber daya alam yang tidak dapat diperbarui dan langka. Industri memanfaatkan logam tanah jarang sebagai bahan utama dalam berbagai produk elektronik, seperti memori komputer yang terbuat dari europium (Eu) dan baterai berbasis neodmium (Nd) (Saadah dan Kusuma, 2014).

Lantanum hidroksida $\text{La}(\text{OH})_3$ memiliki banyak manfaat praktis. Senyawa ini efektif dalam pemurnian air karena mampu mengikat fosfat, membantu mencegah eutrofikasi di perairan (Xu *et al.*, 2023; He *et al.*, 2020; Tan *et al.*, 2022). Selain itu,

$\text{La}(\text{OH})_3$ digunakan dalam pembuatan katalis untuk reaksi industri, seperti mengubah gas CO_2 menjadi bahan bakar sintetis. Dalam teknologi energi terbarukan, $\text{La}(\text{OH})_3$ dan turunannya, seperti LaH_2 , berpotensi menjadi material penyimpan hidrogen untuk kendaraan listrik berbasis sel bahan bakar (Wang *et al.*, 2019; Zhang *et al.*, 2013).

Logam tanah jarang tersebar di berbagai negara seperti Tiongkok, Amerika Serikat, Jepang, dan beberapa negara lainnya, termasuk Indonesia. Diketahui bahwa negara Tiongkok memiliki cadangan tanah jarang yang besar dan menguasai produksi tanah jarang dunia hampir 97% (Humphries, 2012). Sebagian besar lantanum hidroksida yang digunakan di berbagai industri di seluruh dunia diproduksi melalui proses ekstraksi dan pemurnian bijih mineral *lanthanide*, seperti monasit atau bastnasite. Hasil tersebut diolah lebih lanjut untuk menghasilkan berbagai senyawa lantanum, termasuk lantanum hidroksida (Hastiawan *et al.*, 2016). Proses sintesis melalui metode kimia seperti penambahan air ke lantanum oksida, reaksi amonia dengan larutan nitrat, serta proses hidrolisis lantanum karbida (Hutabarat *et al.*, 2019).

Samin *et al.* (2020) Proses pembuatan $\text{La}(\text{OH})_3$ dimulai dengan menghancurkan pasir monasit hingga lolos 325 mesh. Pasir ini kemudian dicerna dengan NaOH pada $140\text{ }^\circ\text{C}$ selama 4 jam untuk melarutkan fosfat. Residu yang tersisa dicuci dengan air panas dan dilarutkan dengan HCl 32% pada pH 3,7 dan $80\text{ }^\circ\text{C}$ selama 2 jam. Filtratnya diendapkan dengan amonia 15% untuk memisahkan uranium (U) dan torium (Th). Selanjutnya, filtrat ditambahkan NaOH hingga pH 9,8 pada suhu

kamar, membentuk endapan $\text{REE}(\text{OH})_3$ yang dikeringkan pada $110\text{ }^\circ\text{C}$ selama 24 jam. Untuk memperoleh $\text{La}(\text{OH})_3$, Ce dan Nd dipisahkan dari $\text{REE}(\text{OH})_3$ menggunakan asam nitrat dan agen pengoksidasi. NH_4OH digunakan untuk mengatur pH dan memisahkan logam tanah jarang. $\text{La}(\text{OH})_3$ kemudian dikeringkan dan dikalsinasi untuk menghasilkan La_2O_3 .

Proses mekanokimia adalah metode yang menggabungkan mekanika gerakan fisik dengan reaksi kimia untuk menghasilkan reaksi kimia atau transformasi zat kimia (Tsuzuki, 2021). Mekanokimia dengan reaksi kimia serta perubahan struktural disebabkan oleh energi mekanik, telah dimanfaatkan di bidang pertambangan, bangunan, dan farmasi serta manufaktur.

Mekanisme reaksi mekanokimia memungkinkan terjadinya perubahan kimia tanpa memerlukan pelarut, dengan memanfaatkan energi mekanik untuk mengaktivasi proses kimia. Selain itu, mekanokimia sering menggunakan peralatan seperti mortir dan lesung, *mixer mills*, atau *planetary mills* untuk mengontrol parameter reaksi, seperti kecepatan penggilingan dan gaya penggilingan, yang dapat mempengaruhi hasil serta reproduktibilitas proses mekanokimia. Aktivasi reaksi kimia dalam mekanokimia tidak bergantung pada pelarut atau suhu tinggi, melainkan pada kompresi, stres, atau gesekan yang diterapkan pada material (Cova and Luque, 2019).

Proses mekanokimia berfokus pada perubahan ikatan kovalen melalui gaya mekanik, yang dapat menginduksi reaksi kimia seperti reaksi panas dalam fluida, fotokimia, dan elektrokimia. Keunggulan proses ini meliputi efisiensi energi,

produktivitas tinggi, dan kemampuan untuk melakukan reaksi pada suhu rendah (Mateti *et al.*, 2019). Teknik penggilingan mekanis, atau *ball milling*, telah diakui sebagai metode efektif dan sederhana untuk memproduksi bubuk nanokristal dalam jumlah besar. Dalam teknik ini, partikel bubuk awal terperangkap di antara bola yang bertabrakan secara kinetik dan permukaan wadah, menghasilkan deformasi berulang, pengelasan kembali, dan fragmentasi, yang menghasilkan partikel halus tersebar dalam matriks yang diperhalus. Beberapa studi menunjukkan bahwa desain peralatan dan parameter operasional mempengaruhi efisiensi energi dalam proses *ball milling*. Selain itu, *ball milling* dapat digunakan untuk menggiling bahan seperti kaca soda-lime dengan efisiensi energi sekitar 15% (Fuerstenau and Abouzeid, 2002). Proses mekanokimia menggunakan gas hidrogen umumnya dilakukan untuk menghasilkan senyawa hidrida atau material penyimpan hidrogen (Lyu *et al.*, 2019).

Bahan hidrida yang disintesis melalui proses *ball milling* telah memperoleh perhatian signifikan dalam kajian ilmiah dalam beberapa tahun terakhir (Jalil *et al.*, 2023; Malahayati *et al.*, 2018; Muthu and Sinnaeruvadi, 2021; Somo *et al.*, 2020). Sintesis hidrida menggunakan teknik *ball milling* memungkinkan produksi bahan dengan sifat dan aplikasi yang khas. Proses ini mengaplikasikan gaya mekanik pada bahan prekursor melalui tabrakan bola penggiling, yang memfasilitasi pembentukan senyawa hidrida melalui kombinasi paduan mekanik, reaksi fasa padat, dan hidrogenasi (Zadorozhnyy *et al.*, 2014; Zadorozhnyy *et al.*, 2017; Fadonougbo *et al.*, 2017). Jalur sintesis mekanokimia ini dianggap menjanjikan untuk pengembangan bahan hidrida dengan komposisi yang disesuaikan, kapasitas

penyimpanan hidrogen yang lebih tinggi, serta kinerja yang lebih baik pada berbagai aplikasi, termasuk penyimpanan energi, katalisis, dan sel bahan bakar hidrogen. Penyelidikan dan pemahaman lebih lanjut mengenai hidrida yang disintesis melalui *ball milling* dipandang memiliki potensi besar untuk memperkaya bidang ilmu material dan mengembangkan jalur inovatif untuk teknologi energi berkelanjutan.

Potensi redoks standar yang tinggi (-2,3 V) dan konduktivitas hidrogen (H⁻) membuat senyawa hidrida ini memiliki potensi untuk digunakan dalam perangkat elektrokimia lanjutan, katalisis, konversi energi, dan penyimpanan hidrogen (Ubukata *et al.*, 2019; Iskandarov *et al.*, 2022). Sakata *et al.* (2020) melaporkan bahwa LaH_n (n < 10) dapat disintesis dengan menggunakan pemanasan laser inframerah di bawah tekanan tinggi 150 GPa, dengan AlH₃ sebagai sumber hidrogen. Setelah pemanasan laser, LaH_n tersebut memiliki suhu kritis (T_c) sekitar 70 K pada tekanan 170 GPa. Drozdov *et al.* (2019) menyebutkan bahwa superkonduktivitas LaH₁₀ yang disintesis menggunakan anvil berlian terjadi pada suhu sekitar 250 K dan tekanan setidaknya 150 GPa.

Satrio *et al.* (2023) mengusulkan metode baru untuk sintesis LaH₂ dan La₂O₃ melalui mekanokimia dan sintering. Penelitian ini menggunakan proses *ball milling* dengan gas hidrogen untuk mendisosiasi La(OH)₃ menjadi La₂O₃ dan menghasilkan LaH₂. Tujuannya adalah untuk menentukan jalur reaksi dan mengkarakterisasi produk yang dihasilkan melalui teknik XRD, PSA, DSC/TGA, dan SEM-EDS. Hasil menunjukkan bahwa kecepatan penurunan tekanan hidrogen selama *ball*

milling berkisar antara 0,0037 dan 0,0049 bar/jam, dan waktu *ball milling* yang lebih lama menghasilkan jumlah LaH_2 yang lebih besar. Produk antara setelah *ball milling* adalah LaH_2 , La, dan H_2O_2 , dengan variasi komposisi yang tergantung pada tekanan hidrogen awal dan waktu *milling*. LaH_2 dan La_2O_3 adalah produk akhir setelah sintering, dengan komposisi yang bervariasi tergantung pada produk dan kelayakan oksigen. Penelitian ini menunjukkan bahwa sintesis LaH_2 dan La_2O_3 melalui mekanokimia dan sintering adalah metode yang berkelanjutan dan dapat dikontrol, yang menawarkan kemungkinan aplikasi dalam berbagai bidang seperti perangkat elektrokimia, katalisis, dan penyimpanan energi.

Berdasarkan studi literatur yang telah dilakukan, penelitian ini bertujuan untuk mempelajari reaksi mekanokimia lantanum hidroksida, $\text{La}(\text{OH})_3$, melalui proses *milling*. Fokus penelitian ini mencakup karakterisasi morfologi, komposisi kimia, ukuran partikel, dan struktur kristal dari $\text{La}(\text{OH})_3$. Tekanan tinggi, seperti 9,39 bar, memungkinkan terjadinya tumbukan antar partikel dengan intensitas tinggi, yang mempercepat berlangsungnya reaksi mekanokimia. Sebaliknya, tekanan rendah, yaitu 2,34 bar, menciptakan kondisi yang lebih moderat untuk mengamati pengaruh tekanan dalam proses reaksi, sehingga memberikan pemahaman yang lebih komprehensif.

Selain itu, variasi massa serbuk, yaitu 8 gram dan 2 gram, dipilih untuk mempelajari pengaruh jumlah material terhadap distribusi energi selama proses *milling*. Massa serbuk yang lebih besar, yaitu 8 gram, meningkatkan interaksi antar partikel, meskipun dapat mengurangi efisiensi *milling* karena material cenderung bertumpuk. Sebaliknya, massa serbuk 2 gram, energi dapat didistribusikan lebih

merata, memungkinkan efek mekanokimia pada $\text{La}(\text{OH})_3$ terlihat lebih jelas. Dengan pengaturan ini, diharapkan akan terjadi variasi dalam perubahan kristalinitas dan ukuran partikel $\text{La}(\text{OH})_3$. Tekanan dan massa yang lebih tinggi diprediksi menghasilkan perubahan signifikan pada struktur material, seperti penurunan ukuran kristal dan peningkatan amorfisitas, sedangkan tekanan dan massa yang lebih rendah diharapkan memberikan perubahan yang lebih moderat, sehingga sebagian karakteristik awal $\text{La}(\text{OH})_3$ tetap terlihat.

Serbuk kemudian dianalisis dalam tiga kondisi berbeda: pertama, serbuk yang tidak mengalami proses *milling*; kedua, serbuk yang di-*milling* dengan tekanan gas H_2 sebesar 9,39 bar, massa serbuk 8 gram, kecepatan 300 RPM selama 14 hari, dan waktu *milling* selama 96 jam; dan ketiga, serbuk yang di-*milling* dengan tekanan gas H_2 sebesar 2,34 bar, massa serbuk 2 gram, kecepatan 600 RPM selama 14 hari, dan waktu *milling* selama 96 jam. Serbuk hasil proses mekanokimia ini dikarakterisasi menggunakan *Scanning Electron Microscopy-Energy Dispersive X-Ray Spectroscopy* (SEM-EDS) untuk mempelajari morfologi sampel, *Particle Size Analysis* (PSA) untuk mengetahui ukuran partikel, serta *X-Ray Diffraction* (XRD) untuk mengidentifikasi struktur kristal yang terbentuk.

1.2 Rumusan Masalah

Rumusan masalah pada penelitian ini adalah:

1. Bagaimana pengaruh reaksi mekanokimia terhadap morfologi dan komposisi kimia serbuk $\text{La}(\text{OH})_3$ berdasarkan hasil karakterisasi SEM-EDS?

2. Bagaimana pengaruh reaksi mekanokimia terhadap ukuran partikel serbuk $\text{La}(\text{OH})_3$ berdasarkan hasil karakterisasi *Particle Size Analysis* (PSA)?
3. Bagaimana pengaruh reaksi mekanokimia terhadap struktur kristal serbuk $\text{La}(\text{OH})_3$ berdasarkan hasil karakterisasi *X-Ray Diffraction* (XRD)?

1.3 Tujuan Penelitian

Tujuan dari penelitian ini adalah:

1. Untuk mengetahui pengaruh reaksi mekanokimia melalui karakterisasi *Scanning Electron Microscopy-Energy Dispersive X-Ray Spectroscopy* (SEM-EDS).
2. Untuk mengetahui pengaruh proses reaksi mekanokimia terhadap ukuran partikel serbuk $\text{La}(\text{OH})_3$ melalui karakterisasi *Particle Size Analysis* (PSA).
3. Untuk mengetahui pengaruh proses reaksi mekanokimia terhadap struktur kristal serbuk $\text{La}(\text{OH})_3$ melalui karakterisasi *X-ray Diffraction* (XRD).

1.4 Batasan Masalah

Batasan masalah dalam penelitian ini adalah:

1. Bahan yang digunakan adalah serbuk $\text{La}(\text{OH})_3$ 447226-50G dengan kemurnian 99,999%.
2. Proses *milling* diberikan tekanan gas hidrogen H_2 sebesar 2,34 bar dan 9,39 bar.
3. Diameter bola *milling* sebesar 5 mm.
4. Kecepatan *milling* adalah 600 dan 300 RPM untuk massa 2 gram dan massa 8 gram.
5. Volume *mill jar* 581,915 ml.

1.5 Manfaat Penelitian

Manfaat dari penelitian ini adalah:

1. Memberikan informasi pengaruh reaksi mekanokimia terhadap morfologi dan komposisi kimia, ukuran partikel, serta struktur kristal.
2. Sebagai tambahan referensi di Jurusan Fisika FMIPA di Universitas Lampung bidang KBK Fisika Material.
3. Sebagai referensi bagi penelitian selanjutnya untuk mengkaji lebih dalam tentang reaksi mekanokimia.

II. TINJAUAN PUSTAKA

1.1 Mekanokimia

Mekanokimia didefinisikan sebagai metode dimana penggilingan bola intensif digunakan untuk mempelajari reaksi antara padatan yang berlangsung cepat dan kuantitatif, baik tanpa tambahan pelarut atau hanya dengan jumlah pelarut yang sangat kecil. Secara historis, metode ini dianggap sebagai pendekatan tambahan terhadap sintesis kimia berbasis larutan (Friščić *et al.*, 2020). Dalam mekanokimia, langkah awal reaksi melibatkan deformasi mekanis material dan penyimpanan energi mekanik, proses yang tidak terjadi dalam reaksi kimia tradisional. Mekanisme yang digunakan dalam mekanokimia, yaitu mekanisme langsung dan mekanisme non-kesetimbangan, digunakan untuk mengubah energi elastis menjadi energi kimia, dengan mekanisme non-kesetimbangan melibatkan pembentukan pusat aktif primer seperti radikal bebas. Oleh karena itu, mekanokimia memiliki mekanisme reaksi yang berbeda dan khas, karena energi elastis dan deformasi mekanis material digunakan sebagai langkah awal reaksinya (Takacs, 2014).

Sepelak *et al.* (2013) sejarah mekanokimia dimulai dengan Theophrastus of Eresos, seorang filsuf Yunani Kuno yang melaporkan bahwa cinnabar (HgS) dapat menghasilkan merkuri logam ketika digosok dalam alu dan lesung tembaga. Mekanokimia, sebagai cabang kimia, mulai dikenal pada akhir abad ke-19.

Matthew Carey Lea merupakan tokoh yang pertama kali menunjukkan bahwa senyawa tertentu dapat bereaksi di bawah pengaruh aksi mekanik dan panas, yang mengarah pada pemahaman bahwa reaksi kimia dapat dipicu atau dipengaruhi oleh energi mekanik. Pada awal abad ke-20, Wilhelm Ostwald memperkenalkan istilah mekanokimia dalam literatur kimia. Ostwald dikenal atas kontribusinya dalam berbagai bidang kimia, termasuk termokimia dan katalis.

Potensi mekanokimia dalam sintesis bahan kimia dan material telah dikembangkan melalui penggunaan *ball milling* untuk membentuk molekul dan material berdasarkan ikatan kovalen (Bolm *and* Hernandez, 2019). Proses mekanokimia yang melibatkan gas hidrogen telah diterapkan untuk menghasilkan senyawa hidrida atau material penyimpan hidrogen (Srikanth *et al.*, 2022). Mekanokimia terjadi akibat pengaruh mekanis, seperti tekanan, gesekan, atau perubahan struktural dalam sistem kimia (Bose *and* Mal, 2019). Energi mekanik diberikan ke dalam sistem kimia untuk menginduksi perubahan dalam ikatan kimia, struktur kristal, atau komposisi bahan yang terlibat. Reaksi mekanokimia dianggap sebagai bentuk reaksi kimia khas yang terjadi pada skala atomik (Andersen *and* Mack, 2018). Transformasi kimia yang diprakarsai oleh energi mekanik dianggap sebagai reaksi pertama yang dipelajari manusia untuk dipicu dan dikendalikan, bahkan sebelum reaksi termal dimungkinkan. Dalam kenyataannya, reaksi pembakaran pertama kali dihasilkan melalui proses mekanis menggunakan perkusi atau gesekan, yang dapat dianggap sebagai reaksi mekanokimia dalam terminologi modern. Sepanjang sejarah, reaksi kimia yang dipicu secara mekanis telah menyertai berbagai kemajuan teknologi yang signifikan (Tan *and* Friscic, 2018).

Dalam mekanokimia, perubahan tekanan hidrogen selama penggilingan bola memiliki peran penting dalam mengendalikan laju reaksi dan pembentukan senyawa baru, khususnya senyawa hidrida atau material penyimpanan hidrogen. Perubahan tekanan hidrogen ini sering kali diteliti menggunakan tren polinomial untuk memprediksi dan memodelkan dinamika tekanan selama proses penggilingan. Tren polinomial memungkinkan analisis perubahan tekanan secara lebih mendetail, sehingga mempermudah pemahaman mengenai interaksi gas hidrogen dengan material yang sedang digiling, termasuk kinetika dan efisiensi hidrogenasi (Kudiyarov *et al.*, 2021).

Selama penggilingan bola, peningkatan tekanan hidrogen dapat menjadi indikator laju reaksi dan pembentukan senyawa baru. Model polinomial digunakan untuk mengidentifikasi perubahan non-linear pada tekanan, sehingga informasi tentang kinetika reaksi dapat diperoleh lebih akurat (Nations *et al.*, 2023). Menurut Huot *et al.* (2013), perubahan tekanan ini menunjukkan bahwa hidrogen tidak hanya terserap secara cepat tetapi juga berperan langsung dalam mengaktifkan proses mekanokimia untuk pembentukan senyawa hidrida. Dengan model polinomial, variasi tekanan hidrogen dalam sistem dapat diprediksi dan dianalisis secara lebih terperinci, membantu optimalisasi kondisi eksperimental untuk sintesis hidrida yang efisien dan stabil.

Penggunaan penggilingan bola dengan hidrogen bertekanan, bersama dengan tren polinomial, terbukti sangat efisien dalam menghasilkan material penyimpan hidrogen yang berkualitas tinggi. Teknik ini juga memungkinkan pemahaman lebih

dalam mengenai dinamika tekanan dan mekanisme penggabungan hidrogen ke dalam struktur material.

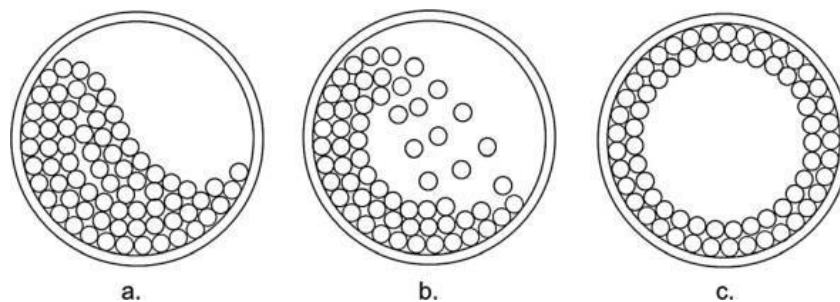
Mekanokimia telah berevolusi dari beberapa eksperimen revolusioner sekitar 120 tahun yang lalu, hingga menjadi bidang yang matang seperti sekarang ini. Penelitian ini melibatkan beberapa tokoh yang memberikan kontribusi penting terhadap perkembangan mekanokimia, seperti Peter Balaz, Klaus Beneke, Richard Bostwick, Andrzej Calka, Fernande Grandjean, Carl Koch, Philippe Mottet dan Mamoru Senna. Mekanokimia telah berkembang dari awal pada mineral, senyawa anorganik, dan polimer hingga penemuan paduan mekanis pada tahun 1966 dan sintesis mekanokimia senyawa organik dalam beberapa tahun terakhir. Selain itu, penelitian ini menyoroti penerapan praktis mekanokimia dalam sintesis senyawa organik dan material baru, serta teknik yang lebih efisien. Adapun upaya untuk memahami fenomena mekanokimia secara mendasar, termasuk pengembangan teori dan pemahaman reaksi mekanokimia (Takacs, 2013).

2.2 Teknik *Milling*

Penelitian yang dilakukan oleh Graetz, (2009) berfokus pada pengembangan bahan baru yang dapat menyimpan hidrogen dengan aman dan ringan, yang penting untuk mewujudkan ekonomi berbasis hidrogen. Penelitian ini mengeksplorasi berbagai jenis hidrida logam menggunakan teknik *milling*. Teknik ini dapat digunakan untuk mengecilkan partikel, menciptakan nanopartikel, dan memperkenalkan katalis. Hasil penelitian menunjukkan bahwa meskipun telah terjadi kemajuan signifikan dalam pengembangan material penyimpan hidrogen, masih ada banyak tantangan

Tantangan utama yang perlu diatasi untuk mencapai aplikasi dalam industri otomotif adalah stabilitas kinetik hidrida. Meskipun hidrida yang stabil secara kinetik memiliki potensi besar, penelitian lebih lanjut masih diperlukan, terutama dalam hal regenerasi dan pengendalian dekomposisi.

Parameter yang perlu dipertimbangkan dalam proses penggilingan dan sintesis mekanokimia menggunakan *Planetary Ball Mills* meliputi kecepatan rotasi, waktu penggilingan, rasio penggilingan bola dan bahan penggilingan, energi yang ditransfer ke bubuk, serta jenis dan jumlah bola penggiling. Komposisi bola penggiling dan sifatnya memiliki efek yang signifikan terhadap proses penggilingan dan sintesis mekanokimia. Diameter bola yang besar dapat memberikan energi tumbukan yang lebih tinggi, hal ini bermanfaat untuk reaksi katalitik dan pembentukan termodinamika stabil. Densitas yang tinggi dapat memiliki efek merusak pada produk akibat disipasi energi dalam bentuk panas yang ditunjukkan pada Gambar 2.1 (Burmeister *and* Kwade, 2013).



Gambar 2.1 Skema gerakan bola dalam *Planetary ball milling* (a) *cascading*, (b) *cataracting*, (c) *rolling* (Burmeister *and* Kwade, 2013).

Pada Gambar 2.1 *cascading ball milling* dibawa bersama dinding pot dan berguling satu sama lain dari bagian atas ke dasar. Sedangkan, dalam *cataracting* bola terlepas dari dinding dan berdampak dengan intensitas tinggi pada muatan atau dinding yang

berlawanan. Bola yang *rolling* atau sentrifugasi menyelaraskan dengan rotasi dinding dengan hampir tidak ada kecepatan relatif

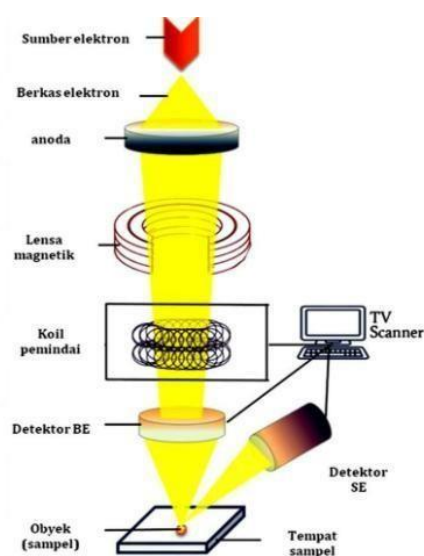
Kecepatan penggilingan yang lebih tinggi memberikan energi yang lebih tinggi pada serbuk sehingga menghasilkan penurunan ukuran partikel. Banyaknya *Process Control Agent* (PCA) yang merupakan agen pengontrol proses berdampak pada ukuran partikel serta penghentian pengelasan dingin pada proses penggilingan. Efek lain juga datang dari rasio bola terhadap bubuk, dan jika rasio dipilih dengan benar, hal ini dapat meningkatkan masukan energi ke bubuk. Jika rasionya terlalu tinggi hal ini akan menyebabkan ukuran partikel menjadi lebih besar (Canakci *et al.*, 2013). Penggunaan teknologi penggilingan bola dengan energi tinggi untuk memproduksi hidrida nanokristal menghasilkan kemajuan dalam penyimpanan hidrogen. Menunjukkan bahwa hidrida memiliki kinetika absorpsi dan desorpsi yang cepat dalam hitungan menit, sehingga cocok untuk aplikasi penyimpanan. Dalam teknologi ini hemat biaya dan menjanjikan dalam penelitian hidrida logam ringan (Dornheim *et al.*, 2006).

Staszewski *et al.* (2011) yang membahas efisiensi penggilingan energi tinggi sebagai metode untuk memperoleh paduan penyimpanan hidrogen, dengan fokus pada peningkatan efisiensi penggilingan dan spesifik dari permukaan bubuk. Metode ini memiliki implikasi praktis dalam produksi elemen baterai hidrogen nikel dan sel bahan bakar. Teknik *ball milling*, yang melibatkan penggunaan bahan logam untuk menggiling atau menghancurkan bahan menjadi partikel kecil, menawarkan keuntungan dalam sintesis organik seperti reaksi bebas pelarut, transfer energi yang efisien, intensitas energi rendah, dan kemampuan untuk

menangani material sensitif. Penggilingan mekanik ini, yang dibantu oleh bola-bola penggilingan, dikenal sebagai *ball milling*.

2.3 Scanning Electron Microscope-Energy Dispersive X-Ray Spectroscopy (SEM-EDS)

SEM merupakan jenis mikroskop elektron yang digunakan untuk menggambar profil permukaan benda yang diamati menggunakan berkas elektron. Prinsip kerja SEM melibatkan penembakan permukaan benda dengan berkas elektron berenergi tinggi. Setelah terkena berkas, permukaan benda akan memantulkan berkas tersebut dan menghasilkan elektron sekunder ke segala arah. terdapat satu arah dimana berkas yang dipantulkan memiliki intensitas tertinggi. Elektron dengan intensitas tertinggi tersebut dideteksi oleh sebuah detektor di dalam SEM. Selama pengamatan, seluruh area daerah pengamatan di-*scan* dengan menembakkan berkas elektron ke lokasi-lokasi pada permukaan benda (Bogner *et al.*, 2007). Skema peralatan optik SEM pada Gambar 2.2 (Setianingsih, 2017).



Gambar 2.2 Skema Peralatan Optik SEM (Setianingsih, 2017).

Peralatan utama yang terdapat di SEM yaitu:

1. Pistol elektron, yang terdiri dari filamen yang terbuat dari unsur yang mudah untuk melepaskan elektron.
2. Lensa magnetik untuk elektron, yang berupa lensa yang memiliki sifat magnetis karena elektron yang bermuatan negatif dapat dibelokkan oleh medan magnet.
3. *Scanning Coils* menggerakkan berkas elektron secara sistematis horizontal dan vertikal di atas permukaan sampel untuk menghasilkan pemindaian lengkap.
4. *Sample Chamber* tempat di mana sampel ditempatkan dan divakumkan. Ruang ini harus memiliki lingkungan vakum agar elektron dapat berjalan tanpa terganggu oleh molekul udara (Setianingsih, 2017).

Salah satu contoh instrumen modern adalah Hitachi-S5200. Informasi gambar disimpan di komputer yang mengontrol SEM, dan gambar muncul di layar monitor komputer. SEM modern memberikan resolusi gambar biasanya antara 1 nm dan 10 nm. SEM juga memiliki kedalaman fokus yang relatif besar, dimana fitur spesimen yang dipindahkan dari bidang fokus tampak *infocus* hampir tajam. Karakteristik ini dihasilkan dari fakta bahwa elektron dalam SEM bergerak sangat dekat dengan sumbu optik, suatu persyaratan untuk memperoleh resolusi gambar yang baik terdapat pada Gambar 2.3 (Egerton, 2005).



Gambar 2.3 Hitachi-S5200 (Egerton, 2005).

Energy-Dispersive X-Ray Spectroscopy (EDS) merupakan teknik analisis kimia yang digunakan untuk mengidentifikasi dan mengukur unsur-unsur dalam sampel. Teknik ini memungkinkan analisis unsur-unsur dengan sensitivitas tinggi, terutama untuk unsur-unsur dengan nomor atom rendah seperti karbon, nitrogen, dan oksigen. EDS juga memungkinkan analisis partikel tunggal dengan resolusi tinggi, yang berguna untuk mempelajari komposisi kimia dan sifat fisik partikel atmosfer (Choël *et al.*, 2005).

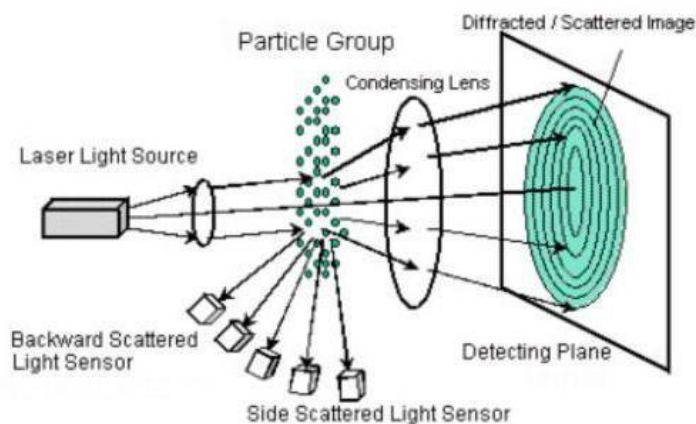
2.4 Particle Size Analysis (PSA)

Analisis ukuran partikel merupakan sebuah teknik yang digunakan untuk menentukan distribusi ukuran partikel dalam suatu sampel padat, cair, gas. Mengenai informasi ukuran partikel penting bagi industri dan aplikasi seperti farmasi, kimia, makanan, dan masih banyak lagi (Nath *et al.*, 2020). Terdapat beberapa metode yang digunakan melakukan analisis partikel yaitu sedimentasi, difraksi cahaya, laser *diffraction*, dan masih banyak lagi (Fisher *et al.*, 2017). Dilakukannya karakterisasi *Particle Size Analysis* (PSA) untuk membandingkan dan mengetahui tingkat keakuratan *image*. PSA adalah prosedur teknis yang

digunakan untuk menentukan ukuran partikel dalam suatu contoh material, baik padatan maupun cairan (Kenney *et al.*, 2019).

Prinsip kerja PSA bergantung pada variasi metode yang digunakan, jika menggunakan sedimentasi prinsipnya partikel yang lebih berat akan lebih cepat mengendap dalam sebuah cairan ditunjukkan pada Gambar 2.4 (PT. Andaru Analyzer, 2022). Dalam mikroskopik partikel dalam sampel diamati langsung di bawah mikroskop dan ukuran partikel diukur dengan mengambil gambar (Lin *et al.*, 2018). Dalam PSA dengan difraksi cahaya, prinsipnya adalah partikel menghasilkan pola difraksi yang berbeda tergantung pada ukuran partikel. Pada pengujian ini, laser diarahkan ke sampel, dan pola difraksi yang dihasilkan diukur serta dianalisis untuk menentukan ukuran partikel (Shekunov *et al.*, 2017).

Pengaplikasian PSA dalam bidang farmasi sangat penting karena ukuran partikel berperan dalam pembuatan obat-obatan. PSA memastikan bahwa obat-obatan padat memiliki ukuran partikel yang sesuai (Bhattacharya, 2021). Dalam makanan dan minuman ukuran partikel PSA digunakan untuk mengontrol kualitas bahan makanan seperti tepung, gula, bumbu, serta untuk memahami reologi susu, minuman, dan saus (Fatkullin *et al.*, 2017).



Gambar 2.4 Prinsip kerja PSA (Sumber: PT. Andaru Persada Mandiri).

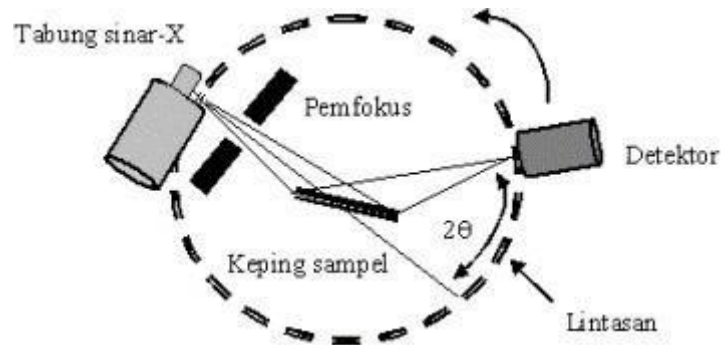
Pengukuran ukuran partikel dalam sampel dilakukan menggunakan *Particle Size Analyzer* (PSA) dengan metode *Dynamic Light Scattering* (DLS) pada panjang gelombang maksimum 633 nm. Sampel yang berupa cairan dan serbuk dengan ukuran nanometer didispersikan ke dalam media cair, dan hasilnya diperoleh dalam bentuk kurva ukuran partikel. PSA umumnya digunakan pada sampel padat, emulsi, aerosol, dan suspensi, serta dalam berbagai bidang seperti industri makanan dan minuman, farmasi, dan komposit. Prinsip kerja PSA melibatkan penghamburan cahaya yang dihasilkan oleh sumber cahaya yang dipantulkan oleh partikel dalam sampel. Hamburan cahaya tersebut berbanding terbalik dengan ukuran partikel. Selain itu, sumber cahaya dan detektor, seperti tabung fotomultiplier dan fotodiode, dimanfaatkan untuk mengukur intensitas hamburan cahaya. Dari hamburan cahaya ini, sinyal analog dihasilkan dan kemudian diubah menjadi sinyal digital, yang akhirnya menghasilkan data deret hitung. Beberapa analisis yang dilakukan dalam pengujian ukuran partikel menggunakan PSA mencakup ukuran partikel, nilai zeta potensial, dan tegangan permukaan. (PT. Andaru Persada Mandiri, 2022).

2.5 X-Ray Diffraction (XRD)

Teknik analisis non-destruktif XRD digunakan untuk mengidentifikasi dan menentukan secara kuantitatif berbagai bentuk kristal, yang disebut fasa. Identifikasi dilakukan dengan membandingkan pola difraksi yang diperoleh dari sinar-X. Penentuan fasa yang ada dalam bahan serta konsentrasi komponen penyusunnya dapat dilakukan dengan XRD. Berbagai keacakan dan penyimpangan kristal serta karakterisasi material kristal dapat diukur dengan XRD. Identifikasi mineral-mineral berbutir halus juga dapat dilakukan dengan XRD (Boukir, 2019).

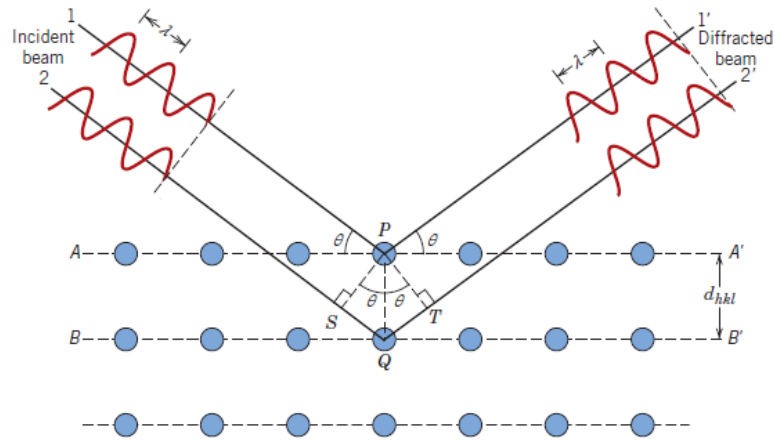
Secara sederhana, prinsip kerja XRD menjelaskan bahwa setiap senyawa terdiri dari susunan atom yang membentuk bidang tertentu. Pola pantulan atau pembiasan yang khas dihasilkan oleh partikel cahaya (foton) yang datang pada sudut tertentu terhadap bidang yang memiliki bentuk tertentu. Dengan kata lain, pola pantulan atau pembiasan yang beragam tidak akan dihasilkan oleh foton yang datang pada sudut tertentu terhadap bidang dengan bentuk tertentu yang ditunjukkan pada. Metode difraksi sinar-X serbuk atau *X-Ray Diffraction* (XRD) digunakan untuk menentukan struktur suatu padatan kristalin, seperti terlihat pada Gambar 2.5. Sampel berupa serbuk padatan kristalin dengan ukuran kecil dan diameter butiran kristal sekitar $10^{-7} - 10^{-4}$ m. ditempatkan pada plat kaca. Sinar-X dihasilkan dari elektron yang keluar dari filamen panas dalam kondisi vakum pada tegangan tinggi

dan menumbuk permukaan logam dengan kecepatan tinggi. Gambar 2.5 (Spence, 2017; Jamaluddin, 2010).



Gambar 2.5 Ilustrasi prinsip kerja XRD (Jamaluddin, 2010).

Ketika suatu material dikenai oleh sinar-X intensitas sinar yang direfleksikan oleh kristal menjadi rendah dibandingkan sinar datang. Penyerapan oleh material dan penghamburan oleh atom-atom di dalam material sebagai penyebabnya. Ada berkas sinar-X yang dihamburkan dan saling menghilangkan karena perbedaan fasa, serta ada juga yang saling menguatkan karena sama fasa. Berkas sinar-X yang paling menguatkan disebut sebagai berkas difraksi. Hukum Bragg merupakan rumus matematis yang harus dipenuhi agar berkas sinar-X yang dihamburkan tersebut menjadi berkas difraksi, menurut hukum Bragg, bidang ini dapat merefleksikan sinar yang datang pada sudut yang sama dengan sudut datang (*incidence*) seperti pada Gambar 2.6 (Callister and Rethwisch, 2009).



Gambar 2.6 Hukum Bragg (Callister *and* Rethwisch,2009).

Dua bidang atom paralel A–A' dan B–B' dalam Gambar 2.6 memiliki indeks Miller h , k , dan l yang sama, dipisahkan oleh jarak antar bidang d_{hkl} . Diasumsikan bahwa berkas sinar-X yang paralel, monokromatik, dan koheren (dalam fasa) dengan panjang gelombang λ datang pada kedua bidang ini dengan sudut θ . Dua sinar dalam berkas ini, yang diberi label 1 dan 2, tersebar oleh atom P dan Q. Interferensi konstruktif dari sinar yang tersebar, yaitu 1' dan 2', juga terjadi pada sudut θ terhadap bidang tersebut jika perbedaan panjang jalur antara 1–P–1' dan 2–Q–2' (yaitu, $SQ + QT$) sama dengan bilangan bulat, n , dari panjang gelombang. Dengan kata lain, kondisi untuk difraksi adalah $n\lambda = SQ + QT$. Dua bidang atom paralel A–A' dan B–B' dalam Gambar 2.6, yang memiliki indeks Miller h , k , dan l yang sama, dipisahkan oleh jarak antar bidang d_{hkl} . Diasumsikan bahwa berkas sinar-X yang paralel, monokromatik, dan koheren (dalam fasa) dengan panjang gelombang λ datang pada kedua bidang ini dengan sudut θ . Dua sinar dalam berkas ini, yang diberi label 1 dan 2, tersebar oleh atom P dan Q. Interferensi konstruktif dari sinar yang tersebar, yaitu 1' dan 2', juga terjadi pada sudut θ terhadap bidang tersebut jika perbedaan panjang jalur antara 1–P–1' dan 2–Q–2' (yaitu, $SQ + QT$) sama

dengan bilangan bulat, n , dari panjang gelombang. Dengan kata lain, kondisi untuk difraksi maka:

$$n\lambda = SQ + QT \quad (2.1)$$

$$\sin \theta = \frac{SQ}{PQ} = \frac{SQ}{d}$$

$$d \sin \theta = SQ \quad (2.2)$$

$SQ = QT$, maka d

$$\sin \theta = \frac{SQ}{d}$$

$$d \sin \theta = \frac{1}{2} \lambda$$

$$2 d \sin \theta = \lambda \quad (2.3)$$

d sebagai jarak antara bidang dalam kristal, θ sebagai sudut difraksi, dan λ sebagai panjang gelombang. Persamaan di atas dikenal sebagai persamaan Bragg (hukum Bragg). Jadi, pantulan sinar-X terjadi ketika persamaan Bragg dipenuhi. Pantulan sinar-X ini disebut pantulan Bragg atau *Bragg's reflection* (Callister and Rethwisch, 2009).

Analisis Williamson- Hall (WSH) digunakan untuk mempelajari ukuran kristalit dan mikro regangan dalam material berdasarkan data difraksi sinar-X. Pendekatan ini melibatkan pemisahan kontribusi pelebaran puncak difraksi menjadi efek ukuran kristalit dan mikro regangan, berdasarkan hubungan linier antara lebar puncak (β) dan $\sin \theta$. Hukum Bragg digunakan untuk menentukan posisi puncak difraksi berdasarkan jarak antar bidang kristal (d) yang berhubungan dengan sudut difraksi (θ). Sementara itu, metode Williamson-Hall digunakan untuk menganalisis pelebaran puncak difraksi yang disebabkan oleh dua faktor utama, yaitu ukuran kristalit dan mikro-regangan. Dalam analisis ini, sudut difraksi (θ) yang diperoleh

dari pola difraksi Bragg digunakan untuk menghitung ukuran kristalit dan tingkat mikro-regangan. Dengan demikian, Hukum Bragg membantu menentukan posisi puncak difraksi, sedangkan Williamson-Hall memisahkan kontribusi dari ukuran kristalit dan mikro-regangan pada pelebaran puncak difraksi. Williamson-Hall Plot menghubungkan kedua kontribusi ini dengan persamaan:

$$\beta \cos \theta = \frac{k\lambda}{D} + 4\epsilon \sin \theta \quad (2.4)$$

Di sini, β adalah lebar penuh pada setengah tinggi (FWHM) puncak difraksi, D adalah ukuran kristalit, ϵ (epsilon) adalah mikro regangan, dan λ adalah panjang gelombang sinar-X. Melalui plot $\beta \cos \theta$ terhadap $\sin \theta$, kemiringan garis memberikan nilai mikro regangan, sementara *intercept* digunakan untuk menghitung ukuran kristalit. Hukum Bragg berperan dalam persamaan ini dengan memberikan nilai untuk λ (panjang gelombang) yang digunakan untuk menghitung posisi puncak difraksi dan juga ukuran kristalit melalui WSH. Kombinasi hukum Bragg dan WSH membantu memahami lebih jauh sifat fisik material, yang penting dalam berbagai aplikasi teknologi seperti penyimpanan hidrogen dan katalis. Analisis ini melengkapi hasil hukum Bragg dengan memberikan wawasan tentang sifat mikrostruktur material, seperti bagaimana deformasi dalam kisi atau ukuran butiran memengaruhi difraksi. Hal ini sangat penting untuk memahami sifat fisik material, terutama dalam aplikasi teknologi tinggi seperti penyimpanan hidrogen, katalis, atau elektronik (Mote *et al.*, 2012).

III. METODE PENELITIAN

3.1 Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian ini dilaksanakan pada Februari 2024 sampai dengan Juli 2024 di Laboratorium Karakterisasi Material, Pusat Riset Material BRIN yang bertempat di Kawasan PUSPIPTEK, Gedung 440-442, Muncul, Setu, Kota Tangerang Selatan, Banten 15314.

3.2 Alat dan Bahan Penelitian

3.2.1 Alat penelitian

Alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah: timbangan digital, neraca analitik digital, *beaker glass* 100 ml, spatula, kertas aluminium, plastik *zipper* ukuran 100 gram, sarung tangan, mesin *ball milling*, *milling jar* dengan volume 581,915 ml, spidol, pompa kompresor, manometer digital, *wireless pressure* dan *temperature*, *glove box*, *Scanning Electron Microscope and Energy Dispersive X-Ray Spectroscopy* (SEM-EDS) Hitachi SU3500, *Particle Size Analyzer* (PSA) Cilas 1190, dan *X-Ray Diffraction* (XRD) SMARTLAB Rigaku

3.2.2 Bahan Penelitian

Bahan yang digunakan pada penelitian ini adalah: serbuk La(OH) Sigma Aldrich katalog 447,226-50G kemurnian 99,9%, jumlah La(OH)₃ yang digunakan adalah 2 gram dan 8 gram untuk proses *milling*, 2 gram serbuk La(OH)₃ tidak di-*milling*,

bola-bola *stainless steel* untuk menghasilkan tekanan tinggi yang diperlukan untuk proses mekanokimia.

3.3 Prosedur Penelitian

Prosedur penelitian ini terdiri dari penggilingan serbuk, setelah penggilingan serbuk, dan prosedur untuk serbuk yang tidak di-*milling*.

3.3.1 Penggilingan Sampel

Penggilingan serbuk pada penelitian ini adalah:

1. Bola *milling* dibersihkan menggunakan etanol dan *ultra sonic cleanser*.
2. Alat *ball milling* dibersihkan sebagai wadah untuk bola *milling* dan serbuk menggunakan etanol.
3. Massa bola *milling* ditimbang diperoleh sebesar 152 gram.
4. Serbuk lantanum hidroksida $\text{La}(\text{OH})_3$ ditimbang sesuai Tabel 3.1.

Tabel 3.1 Parameter percobaan *ball milling* $\text{La}(\text{OH})_3$ ditambah H_2 .

Kode Sampel	Massa Serbuk (gram)	Tekanan H_2 (bar)	Rasio $m_{ball}/m_{\text{La}(\text{OH})_3}$	Kecepatan Putaran (RPM)
MT ₀	3	-	-	-
MT ₁	2	2,34	76	600
MT ₂	8	9,39	19	300

5. Serbuk $\text{La}(\text{OH})_3$ yang sudah ditimbang dimasukkan ke dalam *milling jar*.
6. Bola *milling* diletakkan ke dalam *milling jar*, dan pastikan *milling jar* tertutup rapat. Udara di dalam *milling jar* divakumkan menggunakan pompa kompresor hingga tekanan udara dalam *milling jar* mencapai 0 bar, yang terlihat pada manometer digital di tutup *milling jar*.
7. Gas H_2 dimasukkan ke dalam *milling jar* dengan tekanan sesuai dengan Tabel 3.1. Tekanan gas di dalam *milling jar* diperiksa dan dipastikan stabil. Kecepatan

putaran alat *ball milling* diatur menjadi 600 RPM dengan waktu penggilingan untuk pertama dan kedua selama 96 jam.

8. Sebelum memulai penggilingan, fungsi dan kesiapan sistem pemantauan nirkabel dan waktu nyala untuk perubahan tekanan dan suhu yang terpasang di *milling* diperiksa, termasuk kemampuan melihat perubahan tekanan dan suhu terhadap waktu di komputer dan ponsel.
9. *Milling jar* dimasukkan ke dalam mesin *planetary ball milling* dan sampel siap digiling.

3.3.2 Prosedur Setelah penggilingan Serbuk

Prosedur setelah penggilingan serbuk pada penelitian ini adalah:

1. Setelah proses penggilingan, bubuk hasil *ball-milling* MT_1 dan MT_2 dikeluarkan dari *jar* kemudian dimasukkan ke dalam *glove box*.
2. Sebelum dimasukkan ke dalam *glove box*, *mill jar* ditempatkan dalam proses vakum untuk dibersihkan. Tujuannya untuk menghilangkan kelembaban dan oksigen yang dapat mengganggu eksperimen kimia yang sensitif terhadap air dan oksigen.
3. Kemudian melalui proses di dalam *glove box*, sampel siap dikarakterisasi lebih lanjut.

3.3.3 Prosedur untuk Serbuk yang tidak di *Milling*

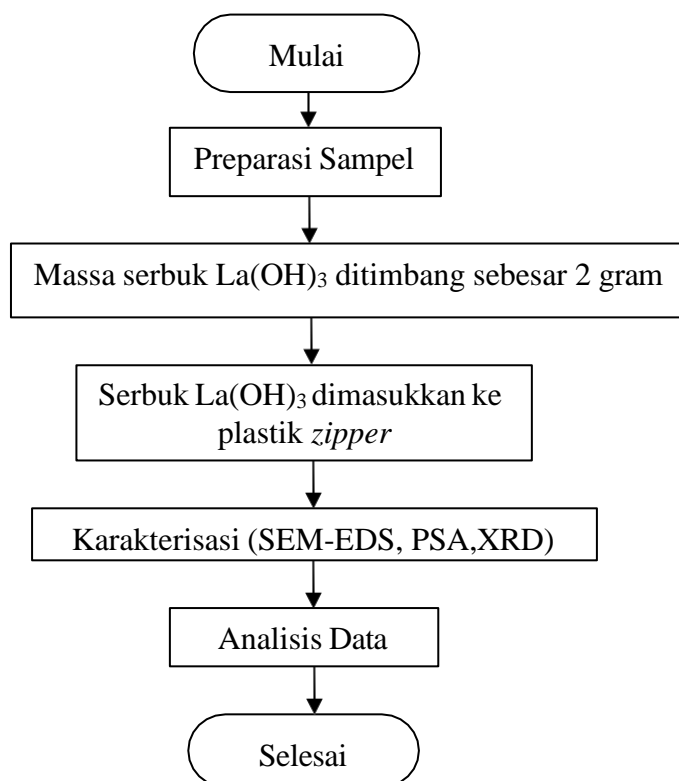
Prosedur serbuk yang tidak di *milling* pada penelitian ini adalah:

1. Serbuk $La(OH)_3$ ditimbang sesuai dengan massa yang tercantum dalam Tabel 3.1 untuk sampel yang tidak di-*milling* kode sampel MT_0 .

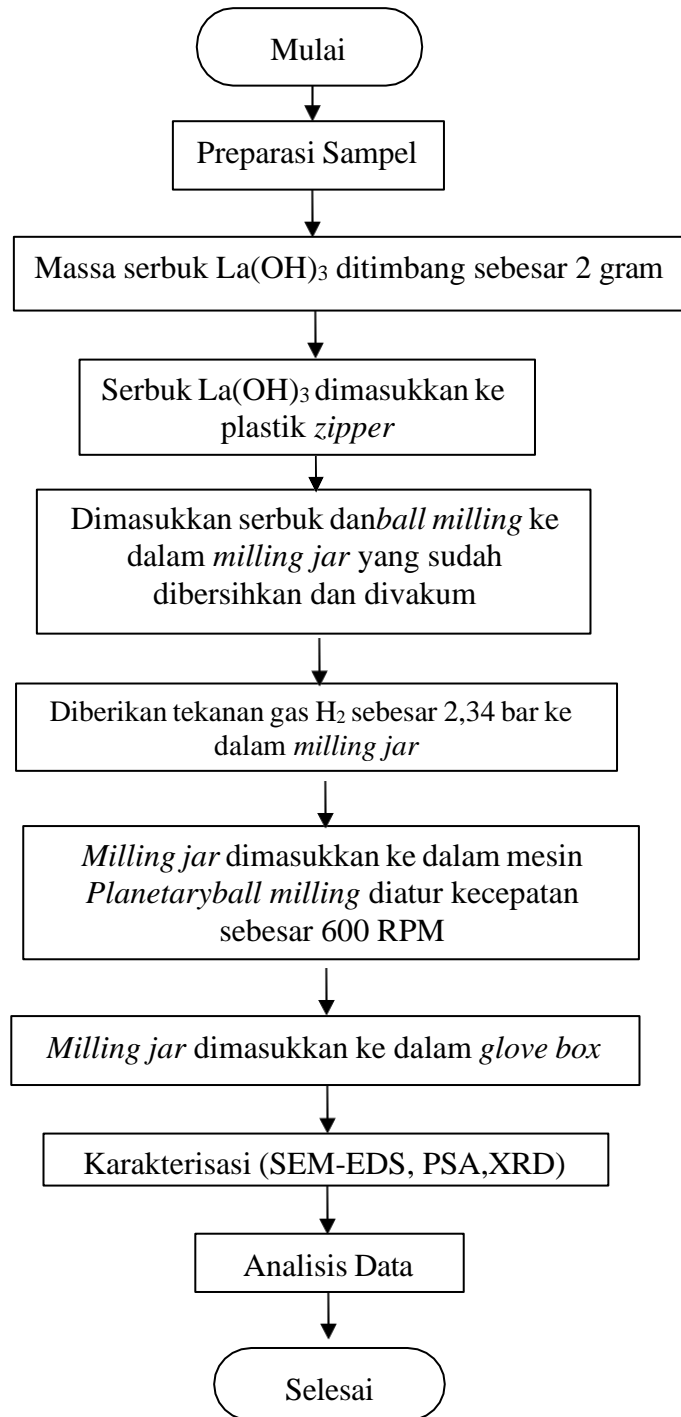
2. Serbuk yang telah ditimbang dimasukkan ke dalam plastik *zipper*.
3. Serbuk siap untuk dikarakterisasi lebih lanjut.

3.4 Diagram Alir

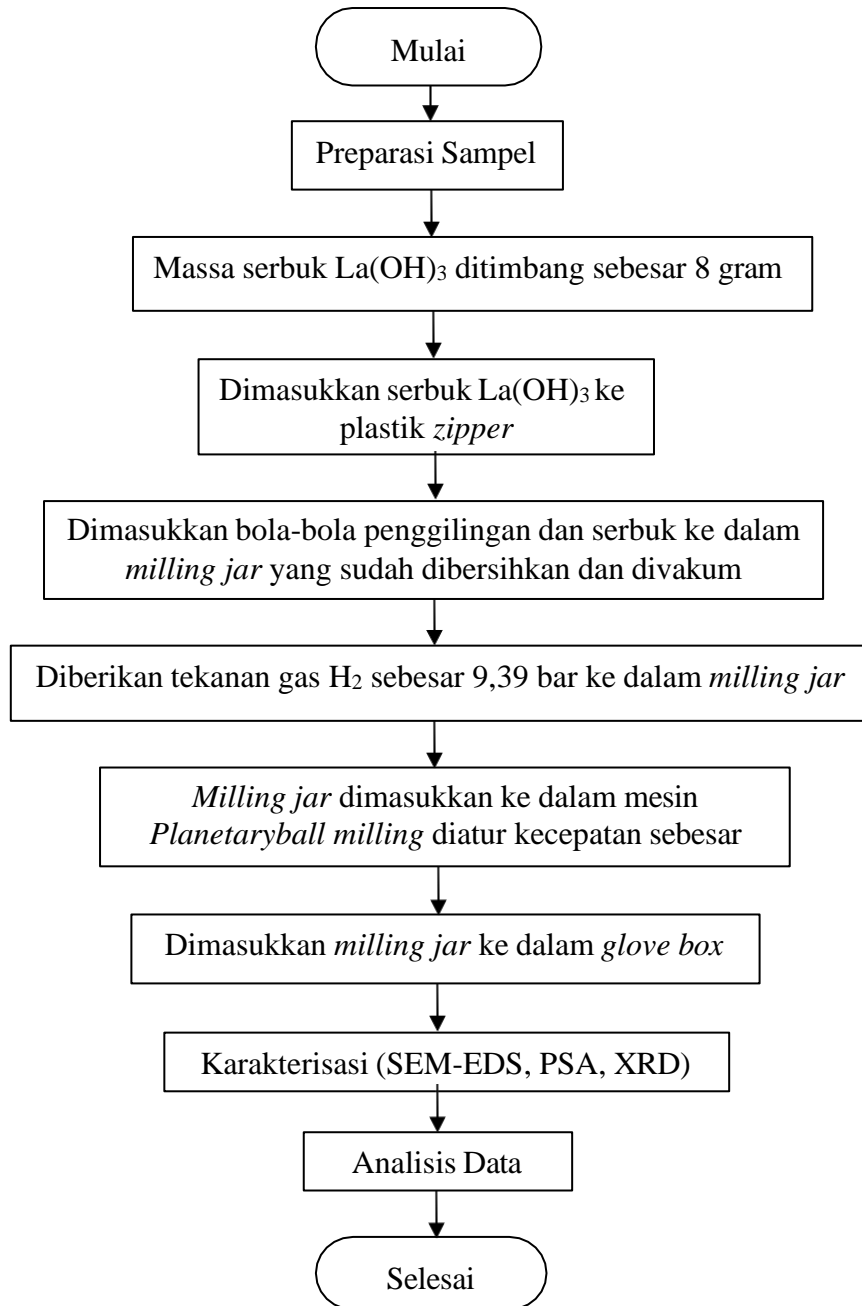
Secara garis besar, tahapan yang dilakukan pada penelitian ini disajikan dalam diagram alir pada Gambar 3.1, Gambar 3.2, dan Gambar 3.3.



Gambar 3.1 Diagram alir serbuk tidak di-*milling*, dengan kode sampel MT₀.



Gambar 3.2 Diagram alir preparasi *milling* La(OH)_3 , dengan kode sampel MT_1 .



Gambar 3.3 Diagram alir preparasi *milling* La(OH)_3 , dengan kode sampel MT₂.

V. KESIMPULAN DAN SARAN

5.1 Kesimpulan

1. Proses mekanokimia pada serbuk $\text{La}(\text{OH})_3$ menghasilkan perubahan signifikan pada morfologi partikel. Berdasarkan analisis SEM-EDS, partikel mengalami aglomerasi akibat gaya Van der Waals yang dominan, dengan distribusi unsur La sebesar 79,90% pada MT_1 dan 67,02% pada MT_2 . Hal ini menunjukkan bahwa proses *milling* dengan parameter tekanan dan kecepatan yang bervariasi berdampak pada distribusi unsur kimia pada permukaan partikel.
2. Distribusi ukuran partikel berubah drastis setelah proses *milling*. Pada sampel MT_0 (tanpa *milling*), ukuran partikel terbagi dalam dua populasi besar, dengan $D(50\%)$ sekitar 202,2 nm dan partikel besar mencapai ukuran $D(90\%)$ sebesar 5690,5 nm. Setelah *milling*, distribusi menjadi lebih homogen dengan rata-rata ukuran partikel 344,7 nm untuk MT_1 dan 375,0 nm untuk MT_2 , diiringi dengan penurunan PDI dari 0,417 pada MT_0 menjadi 0,354 pada MT_1 dan 0,273 pada MT_2 .
3. Struktur kristal $\text{La}(\text{OH})_3$ mengalami transformasi signifikan selama proses *milling*. Fasa $\text{La}(\text{OH})_3$ menurun dari 94% pada MT_0 menjadi 70% pada MT_1 dan 65% pada MT_2 , diiringi dengan kemunculan fasa La (17,5%) dan H_2 (15%-17,5%). Analisis Williamson-Hall plot menunjukkan pengurangan ukuran

kristalit dari 3256 Å pada MT₀ menjadi 302 Å pada MT₁ dan 292 Å pada MT₂, serta peningkatan *strain* mikro hingga -0,08%. Hasil ini membuktikan bahwa energi mekanik dari proses *milling* menghasilkan kompresi struktur kristal yang signifikan.

5.2 Saran

1. Tekanan gas H₂ dan kecepatan *milling* perlu divariasikan lebih lanjut. Hal ini akan memberikan wawasan yang lebih mendalam mengenai pengaruh parameter-parameter tersebut terhadap morfologi dan ukuran partikel.
2. Berbagai durasi *milling* perlu diuji untuk memahami bagaimana waktu *milling* mempengaruhi hasil akhir, termasuk morfologi, ukuran partikel, dan komposisi kimia.

DAFTAR PUSTAKA

- Abdassah, M. 2017. Nanopartikel dengan gelasi ionik. *Farmaka*. Vol. 15. No. 1. Hal. 45-52.
- Achim Stolle, Tony Szupa, Slike E.S.Leonhardt, and Bernd Ondruschka. 2011. *ball milling* in organic synthesis: solutions and challenges. *Chemical Society Reviews*. Vol. 40. No. 5. Hal. 2317-2329.
- Adam A. L. Michalchuk, Elena V. Boldyreva, Ana M. Belengue, Franziska Emmerling, and Vladimir V. Boldyrev. 2021. Tribochemistry, mechanical alloying, mechanochemistry: what is in a name?. *Frontiers in Chemistry*. Vol 19. No. 1. Hal. 68-78.
- Akbari, B., Tavandashti, M. P., and Zandrahimi, M. 2011. Particle size characterization of nanoparticles—a practical approach. *Iranian Journal of Materials Science and Engineering*. Vol. 8. No. 2. Hal. 48-56.
- Ali, A., Chiang, Y. W. and M.Santos, R. 2022. X-Ray Diffraction techniques for mineral characterization: a review for engineers of the fundamentals, applications, and research directions. *Minerals*. Vol. 12. No.2. Hal. 81-124.
- Andersen, J., and Mack, J. 2018. Mechanochemistry and organic synthesis: from mystical to practical. *Green chemistry*. Vol. 20. No. 7. Hal. 1435-1443.
- Bhattacharya, S. 2021. Central composite design for response surface methodology and its application in pharmacy. *Response Surface Methodology In Engineering Science*. Vol. 25. No. 7. Hal. 30-50.
- Bogner, A., Jouneau, P. H., Thollet, G., Basset, D., and Gauthier, C. 2007. A history of scanning electron microscopy developments: Towards “wet-STEM” imaging. *Micron*. Vol. 38. No. 4. Hal. 390-401.
- Bolm, P. and G.Hernandez, D. 2019. Mechanochemistry of gaseous reactants. *Angewandte Chemie International Edition*. Vol. 58. No. 11. Hal. 85-99.
- Bose, A. and Mal, P. 2019. Mechanochemistry of supramolecules. *Beilstein Journal of Organic Chemistry*. Vol. 15. No. 1. Hal. 88-90.

- Boukir, A., Fellak, S. and Doumenq, P. 2019. Structural characterization of *Argania spinosa* Moroccan wooden artifacts during natural degradation progress using infrared spectroscopy (ATR-FTIR). *The Encyclopedia of Archeological Sciences*. Vol. 5. No. 9. Hal. 1-9.
- Burmeister, C. F., and Kwade, A. 2013. Process engineering with planetary ball mills. *Chemical Society Reviews*. Vol. 42. No. 18. Hal. 7660-7667.
- Callister, J. W. D., and Rethwisch, D.G. 2009. *Materials Science and Engineering An Introduction 8Th*. John Wiley & Sons. New York.
- Canakci, A., Erdemir, F., Varol, T., and Patir, A. 2013. Determining the effect of process parameters on particle size in mechanical *milling* using the Taguchi method: measurement and analysis. *Measurement*. Vol. 46. No. 9. Hal. 3532-3540.
- Choël, M., Deboudt, K., Osán, J., Flament, P., and Van Grieken, R. 2005. Quantitative determination of low-Z elements in single atmospheric particles on boron substrates by automated scanning electron microscopy– energy-dispersive x-ray spectrometry. *Analytical Chemistry*. Vol. 77. No. 17. Hal. 5686-5692.
- Cova, C. M. and Luque, R. 2019. Advances in mechanochemical processes for biomass valorization. *Chemical Engineering*. Vol. 1. No. 16. Hal. 1-12.
- Djunaidi, Cholid, M. dan Buchari, 2017. Mekanisme transport lantanum melalui membran cair. *Jurnal Kimia Sains dan Aplikasi*. Vol. 3. No. 3. Hal. 163-170.
- Dornheim, M., Eigen, N., Barkhordarian, G., Klassen, T., and Bormann, R. 2006. Tailoring hydrogen storage materials towards application. *Advanced Engineering Materials*. Vol. 8. No. 5. Hal. 377-385.
- Drozdov, A. P., Kong, P. P., Minkov, V. S., Besedin, S. P., Kuzovnikov, M. A., Mozaffari, S, and Eremets, M. I. 2019. Superconductivity at 250 K in lanthanum hydride under high pressures. *Nature*. Vol. 569. No. 7757. Hal. 528-531.
- Durner, W., C. Iden, S. and Unold, G. V. 2017. The integral suspension pressure method (ISP) for precise particle-size analysis by gravitational sedimentation. *Water Resources Research*. Vol. 53. No. 1. Hal. 3-48.
- Egerton, R. F. 2005. *Physical Principles of Electron Microscopy*. Springer. New York.
- Fadonougbo, J. O., Jung, J. Y., Suh, J. Y., Lee, Y. S., Shim, J. H., and Cho, Y. W. 2017. Low temperature formation of Mg_2FeH_6 by hydrogenation of ball-

milled nano-crystalline powder mixture of Mg and Fe. *Materials and Design*. Vol. 135. No. 1. Hal. 239-245.

- Fatkullin, R., Popova, N., Kalinina, I., and Botvinnikova, V. 2017. Application of ultrasonic waves for the improvement of particle dispersion in drinks. *Agronomy Research*. Vol. 15. No. 2. Hal. 1-9.
- Fisher, P., Aumann, , Chia. C. , O'. Halloran. K, and Chandra.N. S. 2017. Adequacy of laser diffraction for soil particle size analysis. *Plos One*. Vol. 12. No. 5. Hal. 1-20.
- Friščić, T., Mottillo, C., and Titi, H. M. 2020. Mechanochemistry for synthesis. *Angewandte Chemie*. Vol. 132. No. 3. Hal. 1030-1041.
- Fuerstenau, D. W., and Abouzeid, A. Z. 2002. The energy efficiency of *ball milling* in comminution. *International Journal of Mineral Processing*. Vol. 67. No. 1. Hal. 161-185.
- Graetz, J. 2009. New approaches to hydrogen storage. *Chemical Society Reviews*. Vol. 38. No. 1. Hal. 3-82.
- Guzzo, P. L., Tino, A. A., and Santos, J. B. 2015. The onset of particle agglomeration during the dry ultrafine grinding of limestone in a planetary ball mill. *Powder technology*. Vol. 28. No. 4. Hal. 122-129.
- Hastiawan Iwan, Firmansyah Fajar, Juliandri, Eddy Diana Rakhmawati, Noviyanti, dan Atiek Rostika. 2016. Pemisahan lantanum dari limbah hasil pengolahan timah dengan menggunakan metode pengendapan bertingkat. *Chemica et Naura Acta*. Vol. 4. No. 2. Hal. 93-96.
- He, J., Yang, Y., Xu, Y., Wang, Z., Xu, B., Huang, Y., and Yang, L. 2020. La(OH)₃ nano-rods/polyacrylonitrile nanofibers: fabrication, characterization and application for phosphate removal. *Water Science and Technology*. Vol. 82. No. 10. Hal. 2098-2113.
- Hughes, S. and Olaya, S. 2021. Using pycnometry and archimedes principle to measure the gross and air cavity volume of fruit. *IOP SciNotes*. Vol. 2. No. 2. Hal. 1-8.
- Humphries.M. 2012. *Rare Earth Elements: the Global Supply Chain*. Congressional Research Service. United States.
- Huot, J., Cuevas, F., Deledda, S., Edalati, K., Filinchuk, Y., Grosdidier, T, and Sartori, S. 2019. Mechanochemistry of metal hydrides: recent advances. *Materials*. Vol. 12. No. 17. Hal. 27-78.

- Huot, J., Ravnsbæk, D. B., Zhang, J., Cuevas, F., Latroche, M., and Jensen, T. R. 2013. Mechanochemical synthesis of hydrogen storage materials. *Progress in Materials Science*. 58. No. 1. Hal. 30-75.
- Hutabarat, G. S., Qodir, D. T., Setiawan, H., Akbar, N., dan Noviyanti, A. R. 2019. Sintesis komposit hidroksiapatit-lantanum oksida (HA-La₂O₃) dengan metode hidrotermal secara In-situ dan Ex-situ. *Jurnal Penelitian Kimia*. Vol. 15. No. 2. Hal. 287-301.
- Iskandarov, A., Tada, T., Iimura, S., and Hosono, H. 2022. Characteristic mechanism for fast H⁻ conduction in LaH₂. 500. 25. *Acta Materialia*. Vol. 230. No. 1. Hal. 1-35.
- Jalil, Z., Rahwanto, A., Nurmalita, N., Ismail, I., Akbar, I. A., and Aulia, T. B. 2023. Effects of *milling* atmosphere on the sorption properties of MgH₂ for hydrogen storage material application. *In AIP Conference Proceedings* Vol. 27. No. 1. Hal. 06-16.
- Jamaluddin, K. 2010. *X-Ray Diffraction. Makalah Fisika Material*. Universitas Haluoleo. Kendari.
- Kudiyarov, V. N., Elman, R. R., and Kurdyumov, N. E. 2021. The effect of high-energy ball milling conditions on microstructure and hydrogen desorption properties of magnesium hydride and single-walled carbon nanotubes. *Metals*. Vol.11.No. 9. Hal.1-14.
- Kenney, J. P., Veeramani, H. and S.Alessi, D. 2019. *Analytical Geomicrobiology*. Cambridge University Press. New York.
- Khoa, H. X., Bae, S., Bae, S., Kim, B. W., and Kim, J. S. 2014. Planetary ball mill process in aspect of milling energy. *Journal of Powder Materials*. Vol. 21. No. 2. Hal. 155-164.
- Lin, Y., Pan, J., Zhou, H. F., Gao, H. J, and Li, Y. 2018. Mechanical properties and optimal grain size distribution profile of gradient grained nickel. *Acta Materialia*. Vol. 153. No. 1. Hal. 279-289.
- Lyu, J., Lider, A., and Kudiyarov, V. 2019. Using ball milling for modification of the hydrogenation/dehydrogenation process in magnesium-based hydrogen storage materials: An overview. *Metals*. Vol.9. No. 7. Hal. 1-25.
- Malahayati, Ismail, Mursal, and Jalil, Z. 2018. The use of silicon oxide extracted from rice husk ash as a catalyst in magnesium hydrides (MgH₂) prepared by mechanical alloying method. *J. Phys. Confer. Series*. Vol.1120. No.1. Hal. 1-6.
- Marcos, C. 2022. *Crystallography: Introduction to the Study of Minerals*. Springer. Cham.

- Mateti Srikanth, Motilal Mathesh, Zhen Liu, Tao Tao, Thrinathreddy Ramireddy, Alexey M. Glushenkov, Wenrong Yang, and Ying Ian Chen. 2019. Mechanochemistry: A force in disguise and conditional effects towards chemical reactions. *Canadian Journal of Chemistry*. Vol. 99. No. 2. Hal. 93-112.
- Mote, V. D., Purushotham, Y., and Dole, B. N. 2012. Williamson-Hall analysis in estimation of lattice strain in nanometer-sized ZnO particles. *Journal of theoretical and applied physics*. Vol. 6. No.6. Hal. 1-8.
- Mu, Q., and Wang, Y. 2011. Synthesis, characterization, shape-preserved transformation, and optical properties of La (OH)₃, La₂O₂CO₃, and La₂O₃ nanorods. *Journal of Alloys and Compounds*. Vol. 509. No. 2. Hal. 396-401
- Muthu, P., and Sinnaeruvadi, K. 2021. Reversible kinetics and rapid tunnelling characteristics of silicon doped magnesium-titanium nanocomposites prepared by mechanical alloying route for nickel-metal hydride batteries. *Materials Chemistry and Physics*. Vol. 274 No. 1. Hal. 1-12.
- Nations, S., Nandi, T., Ramazani, A., Wang, S., and Duan, Y. 2023. Metal hydride composition-derived parameters as machine learning features for material design and H₂ storage. *Journal of Energy Storage*. Vol.70. No. 10. Hal. 1-25.
- Nath, B., Singh, F. and Das, R. 2020. X-ray diffraction analysis by William-Son - Hall, Halder-Wagner and size-strain plot methods of CdSe nanoparticles- a comparative study. *Materials Chemistry and Physics*. Vol. 39. Hal. 1-9.
- Neter, J., Kutner, M. H., Nachtsheim, C. J., and Wasserman, W.1996. *Applied Linear Statistical Models*. University of Minnesota. Illinois.
- Opoczky, L. 1977. Fine grinding and agglomeration of silicates. *Powder Technology*. Vol. 17. No. 1. Hal. 1-7.
- Peacharsky, V. and Zavalij, P. 2005. *Fundamentals of Powder Diffraction and Structural Characterization of Materials*. Springer. New York.
- Peukert, W., Schwarzer, H. C., and Stenger, F. 2005. Control of aggregation in production and handling of nanoparticles. Chemical Engineering and Processing. *Process Intensification*. Vol. 44. No. 2. Hal. 245-252.
- Polanski, M., Bystrzycki, J., and Plocinski, T. 2008. The effect of milling conditions on microstructure and hydrogen absorption/desorption properties of magnesium hydride (MgH₂) without and with Cr₂O₃ nanoparticles. *International Journal of Hydrogen Energi*. Vol. 33. No. 7. Hal. 1859-1867.
- Pramono, A. W., Herbirowo, S., Imaduddin, A., Antoro, I. D., Nugraha, H., Syampurwadi, A., and Amaliyah, F. F. 2024. The mechanochemistry of

lantanium dihydride (LaH_2) with hydrogen (H_2) using the ball-mill process and the effect of oxidation on the resulting products. *Journal of Metals, Materials and Minerals*. Vol. 34. No. 2. Hal. 12-13.

Pt. Andaru Persada Mandiri 2022. *Particle size analyzer–Pengertian dan fungsinya*. <https://andarupm.co.id/particle-size-analyzer-lab/> diakses pada tanggal 4 November 2024 pukul 21.00

Qayyum, A., Rehman, M. O., Ahmad, F., Khan, M. A., Ramay, S. M., and Atiq, S. 2023. Performance optimization of Nd-doped LaNiO_3 as an electrode material in supercapacitors. *Solid State Ionics*. Vol. 395. No.11 Hal. 116-227.

Qiting, L, Ini jiansen, Wu Yiqing, Dua Yanan, Ding Weizhong, and Geng Shuhua. 2011. Synthesis and characterization of $\text{La}(\text{OH})_3$ nanopowders from hydrolysis of lanthanum carbide. *Journal of Rare Earths*. Vol. 29. No. 5. Hal. 416-419.

Saadah, K. dan Kusuma, S. E. 2014. Kebijakan Cina Membatasi Ekspor LTJ (Logam Tanah Jarang) ke Amerika Serikat. *Electronical Journal of Social and Political Sciences (E-SOSPOL)*. Vol. 1. No. 1. Hal. 40-60.

Sakata, M., Einaga, M., Dezhong, M., Sato, T., Orimo, S., and Shimizu, K. 2020. Superconductivity of lanthanum hydride synthesized using AlH_3 as a hydrogen source. *Supercond. Sci. Technol.* Vol. 33. No. 11. Hal. 11-40.

Samin, Suyati, Sunanti, T. and Adi, W. A. 2020. Synthesis and Certification of Lanthanum Oxide Extracted from Monazite Sand. *Indonesian Journal of Chemistry*. Vol. 20. No. 6. Hal. 1213-1220.

Satrio Herbirowo, Andika Pramono Widya, Hendrik Hendrik, Heri Nugraha, Vinda Puspasari, Agung Imaduddin, Fatah, Martin C, Eko Sulistiyo Yuwono, and Hermawan Akhmad. 2023. Novel synthesis of LaH_2 and La_2O_3 through mechanochemistry and sintering. *South African Journal of Chemical Engineering*. Vol. 46. No. 1. Hal. 182-195.

Sepelak, V., Düvel, A., Wilkening, M., Becker, K. D., and Heitjans, P. 2013. Mechanochemical reactions and syntheses of oxides. *Chemical Society Reviews*. Vol. 42. No. 18. Hal. 7507-7520.

Shekunov, B. Y., Chattopadhyay, P., Tong, H. H., and Chow, A. H. 2007. Particle size analysis in pharmaceuticals: principles, methods and applications. *Pharmaceutical research*. Vol. 24. Hal. 203-227.

Somo, T. R., Maponya, T. C., Davids, M. W., Hato, M. J., Lototsky, M. V., and Modibane, K. D. 2020. A comprehensive review on hydrogen absorption behavior of metal alloys prepared through mechanical alloying. *Metals*. Vol. 10. No. 5. Hal. 5-26.

- Spence, J. C., 2017. Outrunning damage: Electrons vs X-rays—timescales and mechanisms. *Structural dynamics*. Vol. 4. No. 4. Hal. 1-13.
- Srikanth Mateti, Chunmei Zhang, Aijun Du, Selvakannan Periasamy, and Ying Ian Chen. 2022. Superb storage and energy saving separation of hydrocarbon gases in boron nitride nanosheets via a mechanochemical process. *Material today*. Vol. 57. No.1. Hal. 26-34.
- Staszewski, M., Sierczyńska, A., Kamińska, M., Osadnik, M., Czepelak, M., and Swoboda, P. 2011. Hydrogen storage alloys prepared by high-energy milling. *Journal of Achievements in Materials and Manufacturing Engineering*. Vol. 44. No. 2. Hal. 154-160.
- Suganal, Datin F. Umar, dan Hasudungan Mamby. E. 2018. Identifikasi keterdapatn unsur logam tanah jarang dalam abu batubara pusat listrik tenaga uap ombilin. *Jurnal Teknologi Mineral dan Batubara*. Vol. 14. No. 2. Hal. 111-125.
- Takacs, L. 2013. The historical development of mechanochemistry. *Chemical Society Reviews*. Vol. 42. No. 18. Hal. 7649-7659.
- Takacs, L. 2014. What is unique about mechanochemical reactions?. *Acta Physica Polonica A*. Vol. 126. No.4. Hal. 1040-1043.
- Tan, D. and Friscic, T. 2018. Mechanochemistry for Organic Chemists: an Update. *European Journal of Organic Chemistry*. Vol. 18. No. 1. Hal. 18-33.
- Tan, L., Zhang, W., Zhu, X., Ru, Y., Yi, W., Pang, B., and Liu, T. 2022. Porous fibrous bacterial cellulose/La(OH)₃ membrane for superior phosphate removal from water. *Carbohydrate Polymers*. Vol. 29. No. 8. Hal. 1-8.
- Toby, B. H. 2006. R factors in Rietveld analysis: How good is good enough?. *Powder diffraction*. Vol. 21. No. 1. Hal. 67-70.
- Tsuzuki, T. 2021. Mechanochemical synthesis of metal oxide nanoparticles. *Communications Chemistry*. Vol. 4. No. 1. Hal. 1-11.
- Tutik Setianingsih, M. 2017. *Mikroskop Elektron Transmisi Teori dan Aplikasinya untuk Karakterisasi Material*. Universitas Brawijaya Press. Malang.
- Ubukata, H., Broux, T., Takeiri, F., Shitara, K., Yamashita, H., Kuwabara, A., and Kageyama, H. 2019. Hydride conductivity in an anion-ordered fluorite structure LnHO with an enlarged bottleneck. *Chemistry of Materials*. Vol. 31 No. 18. Hal. 7360-7366.
- Wang, X., Feng, J. I., Bai, Y., Zhang, Q., and Yin, Y. 2016. Synthesis, properties, and applications of hollow micro-/nanostructures. *Chemical reviews*. Vol. 116. No. 18. Hal. 10983-11060.

- Wang, K., Yao, Q., Qing, S., and Lu, Z. H. 2019. La (OH)₃ nanosheet-supported CoPt nanoparticles: a highly efficient and magnetically recyclable catalyst for hydrogen production from hydrazine in aqueous solution. *Journal of Materials Chemistry A*. Vol. 7. No. 16. Hal. 9903-9911.
- Williamson, G. K., and Hall, W. H. 1953. X-ray line broadening from filed aluminium and wolfram. *Acta Metallurgica*. Vol. 1. No. 1. Hal. 22-31.
- Xu, Y., Li, Y., Hou, Q., Hao, Y., and Ding, Z. 2024. Ball Milling Innovations Advance Mg-Based Hydrogen Storage Materials Towards Practical Applications. *Materials*. Vol. 17. No. 11. Hal. 16-22
- Xu, Y., Zhou, Y., Li, Y., Hao, Y., Wu, P., and Ding, Z. 2024. Magnesium-Based Hydrogen Storage Alloys: Advances, Strategies, and Future Outlook for Clean Energy Applications. *Molecules*. Vol. 29. No. 11. Hal. 18-24.
- Xu, Y., Li, W., Qin, S., Su, K., Chen, J., and Zhang, S. 2023. Highly selective and efficient removal of phosphate by La (OH)₃-loaded *Juncus effusus* with a three-dimensional structure. *Desalination and Water Treatment*. Vol. 3. No. 11. Hal. 228-236.
- Zadorozhnyy, V. Y., Klyamkin, S. N., Zadorozhnyy, M. Y., Bermesheva, O. V., and Kaloshkin, S. D. 2014. Mechanical alloying of nanocrystalline intermetallic compound TiFe doped by aluminum and chromium. *Journal of Alloys and Compounds*, Vol. 5. No. 86. Hal. 1-5.
- Zadorozhnyy, V. Y., Milovzorov, G. S., Klyamkin, S. N., Zadorozhnyy, M. Y., Strugova, D. V., Gorshenkov, M. V., and Kaloshkin, S. D. 2017. Preparation and hydrogen storage properties of nanocrystalline TiFe synthesized by mechanical alloying. *Progress in Natural Science: Materials International*. Vol. 27. No. 1. Hal. 149-155.
- Zhang, J., Kang, Q., Yang, Z., Dai, H., Zhuang, D., and Wang, P. 2013. A cost-effective NiMoB–La(OH)₃ catalyst for hydrogen generation from decomposition of alkaline hydrous hydrazine solution. *Journal of Materials Chemistry A*. Vol. 1. No. 38. Hal. 11623-11628.