

OPTIMISASI PARAMETER SINTERING PADA SINTESIS NANOMATERIAL MnO

Muhammad Agus Sahbana¹⁾, Muhammad Ilman Nur Sasongko^{1*)}, Akhmad Farid²⁾

¹⁾ Program Studi S1 Teknik Mesin, Universitas Widyagama Malang, Malang

²⁾ Program Studi D3 Mesin Otomotif, Universitas Widyagama Malang, Malang

*Email Korespondensi: sasongko151294@gmail.com

ABSTRAK

MnO (Mangan Oksida) adalah bahan yang ditemukan di salah satu batuan dan dapat berupa mineral di alam. MnO memiliki kelebihan, yaitu sifat magnetik, sifat elektrokimia dan sifat konduktivitas yang baik. Keunggulan MnO dapat dioptimalkan dengan mengubah bentuk batuan menjadi serbuk nanomaterial. Proses perubahan dalam bentuk ini disebut sintesis. Sintesis dilakukan dengan menggunakan metode *bottom-up*, di mana dalam proses sintesis dilakukan secara kimia. Metode *bottom-up* memiliki berbagai parameter yang dapat dioptimalkan untuk mendapatkan parameter terbaik dengan hasil ukuran nanometer terkecil. Optimalisasi dilakukan untuk mendapatkan parameter yang paling optimal dengan hasil terbaik dan efisien atau meminimalkan waktu sintesis untuk mendapatkan komposisi terbaik. Optimalisasi dilakukan menggunakan metode Taguchi dengan mengolah data berdasarkan penelitian sebelumnya menggunakan software Minitab 20. Data yang diproses, yaitu suhu sintering, 500 °C, 550 °C, 600 °C, 650 °C, dan 700 °C dengan waktu sintering 30, 45, 60, 75, dan 90 menit. Setelah dilakukan optimasi menggunakan metode Taguchi dengan software Minitab 20 didapatkan hasil terbaik pada suhu 600 °C dengan waktu sintering 60 menit.

Kata kunci: MnO, Nanomaterial, Optimasi, Sintesis, Taguchi

Abstract

MnO (Manganese Oxide) is a material found in one of the rocks and can be in the form of minerals in nature. MnO has advantages, namely magnetic properties, electrochemical properties and good conductivity properties. The advantages of MnO can be optimized by changing the shape of rocks to nanomaterial powders. This process of change in form is called synthesis. Synthesis is carried out using the bottom-up method, where in the synthesis process is done chemically. The bottom-up method has a wide variety of parameters that can be optimized to get the best parameters with the smallest nanometer size result. Optimization is done to get the most optimal parameters with the best results and efficient or minimize synthesis time to get the best recipe. Optimization is done using the Taguchi method by processing data based on previous research using Minitab 20 software. The data processed, namely sintering temperature, amounted to 500 °C, 550 °C, 600 °C, 650 °C, and 700 °C with sintering times of 30, 45, 60, 75, and 90 minutes. After optimization using the Taguchi method with Minitab 20 software, the best results were obtained at 600 °C with a sintering time of 60 minutes.

Keywords: MnO, Nanomaterial, Optimization, Synthesis, Taguchi

PENDAHULUAN

MnO (*Manganese Oxide*) merupakan material mineral yang diperoleh dari alam, berbentuk biji pirolusit, MnO₂, manganit, Mn₂O₃, H₂O, serta hausmanit, Mn₃O₄ [1], [2]. MnO memiliki beberapa sifat yang sebagian besar menjadi keunggulan, yaitu memiliki sifat sorbent (menyerap). MnO jika di padukan dengan Fe₂O₃ dapat digunakan sebagai katalis untuk menyerap zat pewarna yang mencemari air [3]. MnO memiliki sifat *anti-*

ferromagnetic dan sifat magnetik yang sangat baik setelah dilakukan sintesis dan partikelnya di ubah menjadi berukuran nanopartikel [4], [5].

Sintesis dilakukan untuk mendapatkan bentuk baru, ukuran butir baru, peningkatan terhadap sifat material dengan menerapkan metode sintesis yang telah ditetapkan standardisasinya [6], [7]. Penelitian ini menggunakan metode *bottom-up* dengan teknik *sol-gel* dalam proses sintesis MnO menjadi nanomaterial. *Sol-gel* merupakan sintesis material yang dilakukan dengan menggunakan bahan kimia selama proses sintesisnya, sehingga *sol-gel* menjadi pilihan alternatif dalam skala laboratorium, karena merupakan metode yang sangat sederhana tanpa harus menggunakan peralatan yang sangat canggih dan mahal [7], [8]. Dalam metode *sol-gel* terdapat parameter yang digunakan dalam proses sintesis yang perlu diperhatikan untuk dapat memperoleh hasil nanomaterial yang memiliki bentuk, ukuran butir dan peningkatan sifat dari MnO. Parameter yang harus diperhatikan terdiri dari dua macam, yaitu persentase perbandingan larutan (*precursor*) dengan material yang di sintesis dan proses *sintering*. *Sintering* adalah proses pengeringan dan penyusutan untuk mendapatkan *surface area* yang lebih luas serta meningkatkan kemurnian dari material nano. Proses *sintering* dapat dilakukan dengan menggunakan parameter suhu dari 500°-1100°C [9]-[11].

Penelitian ini mengacu pada penelitian terdahulu yang memiliki berbagai macam parameter *sintering*, yaitu suhu dan waktu untuk menentukan lama proses *sintering*. Penelitian terdahulu membahas tentang parameter suhu *sintering* yang digunakan mulai dari suhu 500 °C, 550 °C, 600 °C, 650 °C, dan 700 °C dan waktu *sintering* yang digunakan bermacam-macam mulai dari 30, 45, 60, 75, dan 90 menit [3], [7], [8], [12]-[15]. Berdasarkan penelitian terdahulu yang telah dilakukan, didapatkan hasil yang berbagai macam, dari penelitian Wu [3] menyatakan bahwa suhu dan waktu yang terbaik adalah 550 °C dan 75 menit, Li menyatakan suhu dan waktu terbaik adalah 650 °C selama 30 menit, Sasongko [7] menyatakan suhu dan waktu yang terbaik adalah 600 °C dengan waktu 60 menit, Yahya dan Puspitasari [8], [12] menyatakan suhu dan waktu yang terbaik adalah 500 °C dengan waktu 60 menit, Puspitasari [16] menyatakan suhu dan waktu terbaik adalah 700 °C dan waktu 90 menit, sehingga untuk mendapatkan suhu dan waktu *sintering* yang terbaik dan mempersingkat waktu uji coba, maka dilakukan optimasi berdasarkan suhu dan waktu dari penelitian terdahulu menggunakan metode TAGUCHI yang diolah menggunakan software MINITAB 20.

Taguchi merupakan metode optimasi yang dapat digunakan sebagai tahapan pra-penelitian yang bertujuan mengoptimalkan karakteristik kinerja melalui pengaturan desain parameter [17], [18]. *Orthogonal Array* menjadi dasar dari metode optimasi Taguchi dan analisis varian (ANOVA) digunakan untuk meminimalisir parameter dan meningkatkan kualitas produk secara efisien [17], [18]. *Rasio signal-to-noise* (SN) adalah rasio rata-rata standar deviasi yang berfungsi sebagai fungsi tujuan untuk proses optimasi [19]-[22]. Berdasarkan sifat variabel respon dalam penelitian ini, parameter suhu dan waktu *sintering* yang optimal lebih tinggi menjadi pilihan yang utama, sehingga karakteristik kinerja yang lebih kecil dipilih SN rasio untuk mendapatkan parameter proses yang optimal [23].

METODE PENELITIAN

Metode optimalisasi yang digunakan merupakan metode Taguchi. Taguchi merupakan metode optimasi yang didesain untuk mendapatkan parameter, karakteristik kinerja yang optimal, sehingga dapat meefisiensi waktu uji coba penelitian dalam mendapatkan parameter yang optimal [18], [24]. Metode Taguchi di desain untuk memperkecil variasi parameter yang digunakan dalam proses eksperimen dan nantinya akan menghasilkan parameter yang optimal [24].

Desain parameter yang digunakan dalam penelitian ini, mengacu pada data parameter *sintering* yang digunakan dalam penelitian terdahulu, yaitu parameter suhu dan waktu *sintering*. Parameter suhu yang digunakan 500 °C, 550 °C, 600 °C, 650 °C, dan 700 °C dengan waktu *sintering* 30, 45, 60, 75, dan 90 menit [3], [7], [14], [25]. Pengolahan data tersebut menggunakan *software* Minitab 20. Parameter tersebut kemudian dimasukkan ke dalam *Layout* Standar eksperimen dengan *orthogonal Array* L25 (5²) yang ditunjukkan pada tabel 1, sebagai berikut.

Tabel 1. *Layout* Standar Eksperimen dengan *Orthogonal Array* L25 (5²)

Eksprimen Ke-	Sintering Parameter	
	A	B
1	1	1
2	1	2
3	1	3
4	1	4
5	1	5
6	2	1
7	2	2
8	2	3
9	2	4
10	2	5
11	3	1
12	3	2
13	3	3
14	3	4
15	3	5
16	4	1
17	4	2
18	4	3
19	4	4
20	4	5
21	5	1
22	5	2
23	5	3
24	5	4
25	5	5

Tabel 2 menunjukkan *level* pada setiap parameter yang dioptimalisasikan dengan menggunakan metode taguchi. Parameter yang dioptimalkan, yaitu suhu dan waktu *sintering*, karena kedua parameter tersebut dinilai cukup berpengaruh terhadap ukuran butir serbuk nano MnO.

Tabel 2. Level Parameter *Sintering*

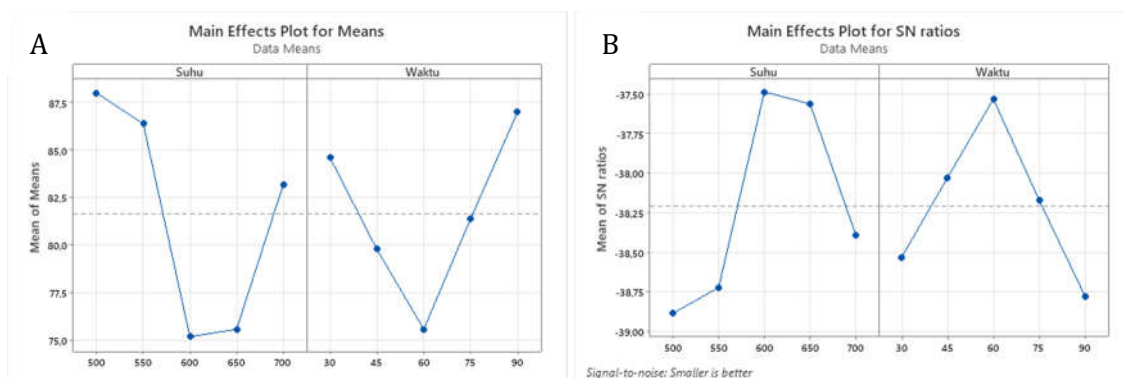
Level	Parameter <i>Sintering</i>	
	Suhu (°C)	Waktu (menit)
1	500	30
2	550	45
3	600	60
4	650	75
5	700	90

HASIL DAN PEMBAHASAN

Dalam tabel respons, posisi faktor diurutkan menurut nilai delta. Nilai delta adalah selisih antara nilai maksimum dan minimum pada setiap kolom. Secara konvensional, suatu

kategori faktor proses dengan perbedaan yang besar dibandingkan dengan kategori faktor lainnya memberikan indikasi bahwa faktor tersebut merupakan penyumbang utama terhadap karakteristik kualitas respon output [23]. Titik disetiap gambar pada parameter menunjukkan plot efek utama yang memberikan informasi estimasi *reliable* dari signifikansi faktor input pada respon output. Dalam plot efek utama untuk SN rasio, rata-rata SN rasio untuk setiap kategori faktor diplot terhadap tingkat uji setiap parameter faktor. Sebuah garis menghubungkan titik-titik yang diplot untuk setiap kategori faktor dan garis referensi horizontal biasanya ditarik pada rata-rata keseluruhan.

Pada dasarnya, faktor dengan tingkat signifikansi yang paling tinggi memiliki kecenderungan horizontal yang tinggi dalam plot efek utama [19], [22]. Sedangkan plot yang hampir sejajar dengan horizontal menunjukkan tidak ada signifikansi, yaitu rata-rata respon adalah sama disemua tingkat faktor. Sehingga semakin curam kemiringan garis ke horizontal, maka akan semakin tinggi tingkat efek utama seperti yang ditunjukkan pada gambar 1 berikut ini.



Gambar 1. SN Rasio Metode Taguchi

Tabel 3. Response Table for SN Ratios for Optimal Response (Smaller is better)

Level	Suhu	Waktu
1	-38,89	-38,53
2	-38,72	-38,03
3	-37,49	-37,53
4	-37,56	-38,17
5	-38,39	-38,78
Delta	1,40	1,25
Rank	1	2

Gambar 1 menunjukkan hasil dari pengolahan software Minitab 20 dengan menerapkan metode taguchi terhadap parameter suhu dan waktu *sintering* dalam penelitian ini. Gambar di atas menunjukkan parameter optimal yang terlihat pada suhu 600 °C dengan waktu *sintering* 60 menit yang ditunjukkan oleh garis horizontal yang curam pada parameter suhu dan waktu. Metode taguchi memberikan informasi analisis data yang menunjukkan terjadi peningkatan yang signifikan pada parameter suhu dan yang kedua pada parameter waktu.

Penelitian ini telah berhasil dilakukan dan memberikan parameter optimal serta selaras dengan penelitian terdahulu yang menunjukkan variasi suhu 600 °C dengan lama waktu *sintering* 60 menit [7], [14], [26].

Respon optimal diperoleh dengan kombinasi yang sinergis dari parameter suhu dan waktu *sintering* pada gambar 1 (A) sedangkan SN rasio untuk respon optimal (lebih kecil lebih baik) seperti yang ditunjukkan pada tabel 3 yang diplot pada gambar 1 (B). Tabel 3 menunjukkan parameter suhu dan waktu pada *level* 3 memberikan pengaruh paling

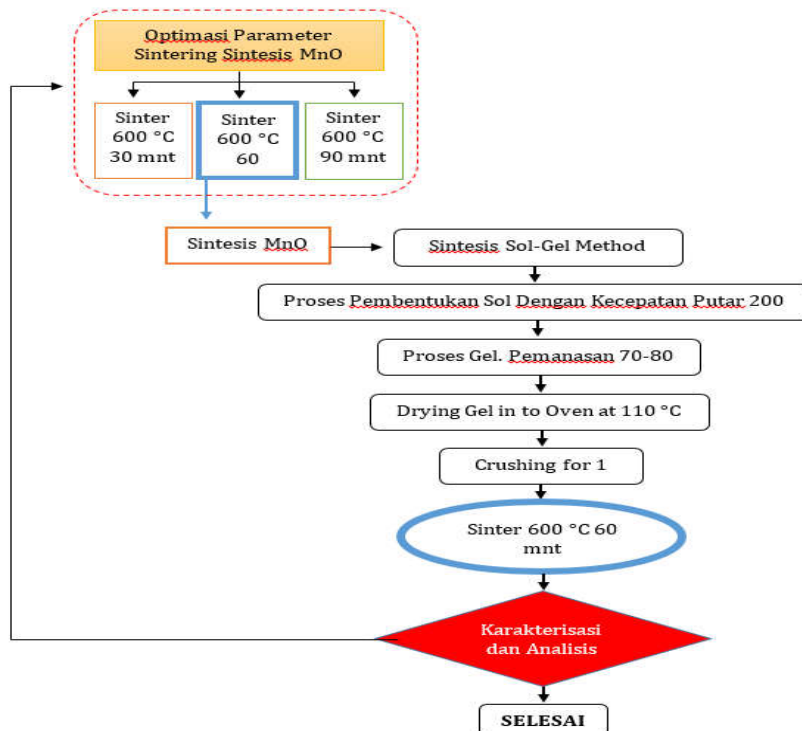
signifikan, sehingga karakteristik kualitas optimum dari variabel respon dengan nilai delta tertinggi pada parameter suhu, yaitu 1,40 dan pada parameter waktu 1,25, sehingga menjadikan parameter suhu sebagai parameter dengan peringkat 1 dan peringkat 2 untuk parameter waktu. Hal tersebut membuat parameter suhu menjadi penentu utama dalam mendapatkan ukuran butir terkecil dalam sintesis nanomaterial MnO.

Tabel 4. Analysis of Varians

Source	DF	Adj SS	Adj MS	F-Value	P-Value
Suhu	4	717,4	179,360	22,60	0,000
Waktu	4	387,0	96,760	12,19	0,000
Error	16	127,0	7,935		
Total	24	1231,4			

Analisis varian (ANOVA) adalah metode standar untuk menginterpretasikan hasil eksperimen [23]. Analisis varian berfungsi sebagai alat untuk mengevaluasi signifikansi statistik dari efek faktor proses individu dalam desain pengujian pada respons output. Metode eksperimen Taguchi belum dapat memberikan estimasi yang tepat dari pengaruh masing-masing faktor pada keseluruhan proses, sehingga dapat menggunakan persentase kontribusi dengan menggunakan ANOVA [19], [20], [22]. Dalam penelitian ini, hasil eksperimen Taguchi seperti pada tabel 1 dan 2 diolah dengan ANOVA yang dilakukan dengan Minitab 20. Berdasarkan model Anova satu arah, sumber dengan nilai P kurang dari 0.05, artinya parameter suhu dan waktu *sintering* memiliki kontribusi yang signifikan secara statistik terhadap ukuran butir dalam sintesis nanomaterial MnO. Parameter kontrol yang tidak berpengaruh pada SN rasio kemudian digunakan untuk memperbaiki (*adjust*) rata-rata performansi target [7], [18], [24]. Parameter tersebut dinamakan *adjustment factors* seperti ditunjukkan pada Tabel 4 di atas.

Berdasarkan hasil optimasi parameter *sintering* di atas, data tersebut sudah siap dimasukkan ke dalam bagan penelitian lanjutan, yaitu sintesis nanomaterial dengan menggunakan parameter *sintering* hasil optimasi di atas, seperti ditunjukkan pada gambar 2 di bawah ini.



Gambar 2. Bagan Sintesis Nanomaterial MnO Dalam Penelitian Lanjutan

KESIMPULAN

Berdasarkan hasil dan pembahasan pada penelitian yang telah dilakukan untuk mendapatkan suhu dan waktu yang efektif dan efisien dalam proses sintesis nanomaterial MnO menggunakan metode Taguchi. Disimpulkan bahwa parameter suhu memiliki peringkat 1 dan peringkat 2, yaitu waktu *sintering*. Parameter suhu dan waktu yang optimal untuk mendapatkan bentuk yang baru, ukuran butir terkecil dan sifat yang lebih baik dalam proses sintesis nanomaterial dapat menggunakan suhu 600 °C dengan waktu *sintering* selama 60 menit.

UCAPAN TERIMA KASIH

Ucapan terima kasih disampaikan kepada LPPM Universitas Widyagama Malang yang telah mendanai penelitian ini dalam program PERINTIS 2021, serta kepada pihak-pihak yang berkontribusi dalam pelaksanaan penelitian ini.

REFERENSI

- [1] Hardeli and Syukri, "Kesetimbangan fasa," 2013.
- [2] W. A. Harrison, "Tight-Binding Theory of Manganese and Iron Oxides," pp. 1–12, 2008.
- [3] R. Wu, J. Qu, and Y. Chen, "Magnetic powder MnO-Fe₂O₃ composite - A novel material for the removal of azo-dye from water," *Water Res.*, vol. 39, no. 4, pp. 630–638, 2005, doi: 10.1016/j.watres.2004.11.005.
- [4] B. K. Pandey, A. K. Shahi, and R. Gopal, "Synthesis, optical properties and growth mechanism of MnO nano structures," *Appl. Surf. Sci.*, vol. 283, pp. 430–437, 2013, doi: 10.1016/j.apsusc.2013.06.126.
- [5] C. C. Lin, C. J. Chen, and R. K. Chiang, "Facile synthesis of monodisperse MnO nanoparticles from bulk MnO," *J. Cryst. Growth*, vol. 338, no. 1, pp. 152–156, 2012, doi: 10.1016/j.jcrysgro.2011.10.022.
- [6] D. Anggraini, A. Awaluddin, and P. H. Yanti, "STUDI XRD MANGAN OKSIDA BIRNESSITE YANG DIPREPARASI MELALUI METODE SOL-GEL DAN KERAMIK," vol. 1, no. 2, pp. 213–219, 2014.
- [7] M. Iلمان, N. Sasongko, P. Puspitasari, C. Yazirin, I. Tsamroh, and P. Risdanareni, "Morphology and Phase Identification of Micron to Nanosized Manganese Oxide (MnO) with Variations in Sintering Time," vol. 020037, 2017, doi: 10.1063/1.5003520.
- [8] P. Puspitasari, Andoko, and E. Sutadji, *Synthesis and characterization of Zinc oxide nanoparticles via self combustion technique*, vol. 493. 2014.
- [9] P. Li *et al.*, "MnO nanoparticles with textured porosity supported on mesoporous carbons," *Ceram. Int.*, vol. 39, no. 7, pp. 7773–7778, 2013, doi: 10.1016/j.ceramint.2013.03.036.
- [10] W. Liu, X. Tang, and Z. Tang, "Effect of oxygen defects on ferromagnetism of Mn doped ZnO," *J. Appl. Phys.*, vol. 114, no. 12, 2013, doi: 10.1063/1.4823774.
- [11] S. A. Ahmed, "Structural, optical, and magnetic properties of Mn-doped ZnO samples," *Results Phys.*, vol. 7, pp. 604–610, 2017, doi: 10.1016/j.rinp.2017.01.018.
- [12] N. B. Yahya, H. Daud, N. A. Tajuddin, H. M. Daud, A. Shafie, and P. Puspitasari, "Application of ZnO Nanoparticles EM Wave Detector Prepared by Sol-Gel and Self-Combustion Techniques," *J. Nano Res.*, vol. 11, pp. 25–34, 2010, doi: 10.4028/www.scientific.net/JNanoR.11.25.

- [13] P. Puspitasari, V. Yuwanda, Sukarni, and J. W. Dika, "The Properties of Eggshell Powders with the Variation of Sintering Duration," *IOP Conf. Ser. Mater. Sci. Eng.*, vol. 515, p. 012104, 2019, doi: 10.1088/1757-899X/515/1/012104.
- [14] M. I. N. Sasongko, P. Puspitasari, Sukarni, and C. Yazirin, "Properties of MnO doped graphene synthesized by co-precipitation method," *Funct. Mater.*, vol. 25, no. 4, pp. 802–808, 2018, doi: 10.15407/fm25.04.802.
- [15] S.-R. Li *et al.*, "A facile route to synthesize nano-MnO/C composites and their application in lithium ion batteries," *Chem. Eng. J.*, vol. 192, pp. 226–231, 2012, doi: 10.1016/j.cej.2012.04.009.
- [16] P. Puspitasari, V. Yuwanda, Sukarni, and J. W. Dika, "The Properties of Eggshell Powders with the Variation of Sintering Duration," *IOP Conf. Ser. Mater. Sci. Eng.*, vol. 515, no. 1, 2019, doi: 10.1088/1757-899X/515/1/012104.
- [17] D. I. Tsamroh, P. Puspitasari, A. Andoko, A. A. Permanasari, and P. E. Setyawan, "Optimization of multistage artificial aging parameters on Al-Cu alloy mechanical properties," *J. Achiev. Mater. Manuf. Eng.*, vol. 87, no. 2, pp. 62–67, 2018, doi: 10.5604/01.3001.0012.2828.
- [18] H. F. N. Zhorifah, P. Puspitasari, Andoko, D. I. Tsamroh, and A. A. Permanasari, "Optimization of the mastication strength of hydroxyapatite as an eggshell-based tooth filler," *AIP Conf. Proc.*, vol. 2120, no. July, 2019, doi: 10.1063/1.5115686.
- [19] S. Debnath, M. M. Reddy, and Q. S. Yi, "Influence of cutting fluid conditions and cutting parameters on surface roughness and tool wear in turning process using Taguchi method," *Meas. J. Int. Meas. Confed.*, vol. 78, pp. 111–119, 2016, doi: 10.1016/j.measurement.2015.09.011.
- [20] T. Kivak, "Optimization of surface roughness and flank wear using the Taguchi method in milling of Hadfield steel with PVD and CVD coated inserts," *Meas. J. Int. Meas. Confed.*, vol. 50, no. 1, pp. 19–28, 2014, doi: 10.1016/j.measurement.2013.12.017.
- [21] H. Öktem, T. Erzurumlu, and M. Çöl, "A study of the Taguchi optimization method for surface roughness in finish milling of mold surfaces," *Int. J. Adv. Manuf. Technol.*, vol. 28, no. 7–8, pp. 694–700, 2006, doi: 10.1007/s00170-004-2435-6.
- [22] S. K. Das and P. Sahoo, "Tribological characteristics of electroless Ni-B coating and optimization of coating parameters using Taguchi based grey relational analysis," *Mater. Des.*, vol. 32, no. 4, pp. 2228–2238, 2011, doi: 10.1016/j.matdes.2010.11.028.
- [23] J. O. Abe, O. M. Popoola, A. P. Popoola, E. Ajenifuja, and D. I. Adebisi, "Application of Taguchi design method for optimization of spark plasma sintering process parameters for Ti-6Al-4V/h-BN binary composite," *Eng. Res. Express*, vol. 1, no. 2, 2019, doi: 10.1088/2631-8695/ab561c.
- [24] I. Tsamroh, A. Suprpto, and P. Eka Setyawan, "Optimasi Parameter Anodizing pada Aluminium 6061 dengan Metode Taguchi," *Semin. Nas. Teknol. Fak. Tek. Unmer Malang*, pp. 113–116, 2020.
- [25] R. C. Cammarata, "Nanomaterials : Synthesis , Properties and Applications Edited by A S Edelstein Institute of Physics Publishing Bristol and Philadelphia," *Mater. Sci.*, vol. 580, 1996.
- [26] N. A. M. Z. and N. A. A. Puspitasari, Poppy, N. Yahya, "Camparison of Mechanical Properties and Magnetic Properties of Mn_{0.8}Zn_{0.2}Fe₂O₄ Synthesized by Conventional Ball Milling and Self Combustion Method," *Appl. Sci.*, vol. 11, no. 7, p. 7, 2011.

