

PENGARUH WAKTU *MILLING* TERHADAP *MICROSTRUCTURE* DAN
UKURAN BUTIR NANOPARTIKEL *FORSTERITE* (Mg_2SiO_4) DARI
BATUAN DUNIT DI DAERAH JORONG TONGAR NAGARI AUR
KUNING KABUPATEN PASAMAN BARAT

SKRIPSI

Diajukan Sebagai Salah Satu Persyaratan Memperoleh Gelar Sarjana Sains



Oleh

VERA FIRMANSARI

NIM. 1201457

JURUSAN FISIKA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS NEGERI PADANG

2016

PERSETUJUAN SKRIPSI

Judul : Pengaruh Waktu *Milling* terhadap *Microstructure* dan
Ukuran Butir Nanopartikel *Forsterite* (Mg_2SiO_4) dari Batuan
Dunit di Daerah Jorong Tongar Nagari Aur Kuning
Kabupaten Pasaman Barat

Nama : Vera Firmansari

Nim : 1201457

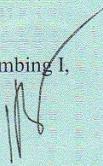
Program Studi : Fisika

Fakultas : Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam

Padang, Agustus 2016

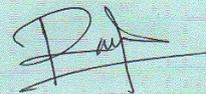
Disetujui Oleh:

Pembimbing I,



Dr. Hj. Ratnawulan, M.Si
NIP. 196901201993032002

Pembimbing II,



Dr. Ramli, S.Pd, M.Si
NIP. 197302042001121

PENGESAHAN LULUS UJIAN SKRIPSI

**Dinyatakan lulus setelah dipertahankan di depan Tim Penguji Skripsi
Program Studi Fisika Jurusan Fisika
Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Universitas Negeri Padang**

Judul : Pengaruh Waktu *Milling* terhadap *Microstructure* dan Ukuran Butir Nanopartikel *Forsterite* (Mg_2SiO_4) dari Batuan Dunit di Daerah Jorong Tongar Nagari Aur Kuning Kabupaten Pasaman Barat

Nama : Vera Firmansari

NIM/TM : 1201457/ 2012

Program Studi : Fisika

Jurusan : Fisika

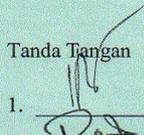
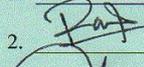
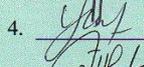
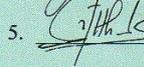
Fakultas : Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam

Padang, Agustus 2016

Tim Penguji

1. Ketua : Dr. Ratnawulan, M.Si
2. Sekretaris : Dr. Ramli, S.Pd, M.Si
3. Anggota : Dr. H. Ahmad Fauzi, M.Si
4. Anggota : Yohandri, M.Si, Ph.D
5. Anggota : Zulhendri Kamus, S.Pd, M.Si

Tanda Tangan

1. 
2. 
3. 
4. 
5. 

PERNYATAAN

Dengan ini saya menyatakan bahwa :

1. Karya tulis saya, tugas akhir berupa skripsi dengan judul Pengaruh Waktu Milling terhadap *Microstructure* dan Ukuran Butir Nanopartikel Forsterite (Mg_2SiO_4) dari Batuan Dunit di Daerah Jorong Tongar Nagari Aur Kuning Kabupaten Pasaman Barat;
2. Karya tulis ini murni gagasan, rumusan dan penelitian saya sendiri, tanpa bantuan pihak lain, kecuali dari pembimbing;
3. Di dalam karya tulis ini, tidak terdapat karya atau pendapat telah ditulis atau dipublikasikan orang lain, kecuali secara tertulis dengan jelas dicantumkan pada kepustakaan;
4. Pernyataan ini saya buat dengan sesungguhnya dan apabila terdapat penyimpangan di dalam pernyataan ini, saya bersedia menerima sanksi akademik berupa pencabutan gelar yang telah diperoleh karna karya tulis ini, serta sanksi lainnya sesuai norma dan ketentuan hukum yang berlaku.

Padang, Agustus 2016

Yang membuat pernyataan



Vera Firmansari
NIM. 1201457

ABSTRAK

Vera Firmansari : Pengaruh Waktu *Milling* Terhadap Microstructure Nanopartikel Forsterite Dari Batuan Dunit Di Daerah Jorong Tongar Nagari Aur Kuning Kabupaten Pasaman Barat

Provinsi Sumatera Barat berpotensi memiliki bahan tambang mineral, khususnya Kabupaten Pasaman Barat yang memiliki kekayaan hasil tambang batuan dunit. Selama ini Pasaman Barat menjual dunit dalam keadaan mentah, padahal dunit yang diolah dengan teknik rekayasa material akan memunculkan fasa baru yang bernilai ekonomis yaitu *forsterite* (Mg_2SiO_4). *Forsterite* jika dijadikan ukuran nano dapat digunakan untuk bahan pelapis tempat peleburan besi dan baja karena ukuran nano memiliki sifat sangat kuat, keras, dan tahan korosi. Tujuan dilakukan penelitian ini adalah menyelidiki pengaruh waktu *milling* terhadap *microstructure* nano *forsterite* (Mg_2SiO_4) dari batuan dunit dalam bentuk struktur kristal, ukuran butir dan morfologi.

Jenis penelitian ini adalah eksperimen. Pertama, *Forsterite* disintesis dengan aktivasi mekanik menggunakan *High Energy Milling* (HEM) untuk mendapatkan butiran *forsterite* yang berukuran nano. Variasi waktu *milling* yang dilakukan yaitu 5 jam, 10 jam, 20 jam, dan 40 jam. Selanjutnya, hasil *milling* tersebut dikarakterisasi dengan menggunakan *X-Ray Diffraction* untuk menyelidiki struktur kristal dan *Scanning Electron Microscope* (SEM) untuk menyelidiki ukuran butir dan morfologi dari nano *forsterite*.

Hasil dari penelitian ini memperlihatkan struktur kristal yang terbentuk pada saat waktu *milling* 5 jam, 10 jam, 20 jam, 40 jam yaitu *Orthorhombic*. Pengaruh waktu *milling* terhadap ukuran kristal pada *forsterite* menyebabkan ukuran kristal mengecil pada waktu *milling* 20 jam sebesar 21,69 nm dan 40 jam sebesar 18,78 nm. Sedangkan waktu *milling* 5 jam sebesar 53,80 nm dan waktu *miling* 10 jam 54,58 nm. Hasil SEM menunjukkan ukuran butir pada variasi waktu *milling* 5, 10, 20, dan 40 jam berturut- turut adalah sebesar 630 nm, 717 nm, 454 nm dan 354 nm.

KATA PENGANTAR

بِسْمِ اللَّهِ الرَّحْمَنِ الرَّحِيمِ

Puji syukur *Alhamdulillah* penulis ucapkan kehadiran Allah Swt berkat rahmat dan hidayah yang dilimpahkan sebagai sumber kekuatan hati dan penaguh iman sampai akhirnya penulis dapat menyelesaikan skripsi ini dengan judul **”Pengaruh Waktu Milling Terhadap Microstructure Nano Fortserite (Mg_2SiO_4) Dari Batuan Dunit Di Daerah Jorong Tongar Nagari Aur Kuning Kabupaten Pasaman Barat”**. Selanjutnya salawat dan salam penulis persembahkan kepada Nabi Muhammad SAW.

Skripsi ini merupakan bagian dari Penelitian **Masterplan Percepatan dan Perluasan Pembangunan Ekonomi Indonesia (MP3EI)** tahun 2011-2025 atas nama Dr. H. Ahmad Fauzi, M.Si dan Dr. Hj. Ratnawulan, M.Si dengan judul *Eksplorasi dan Pengembangan Nilai Tambah Mineral Ekonomis Sumatera Barat Menjadi Produk Nanomaterial untuk Mendukung Industri Besi Baja Nasional*.

Kelancaran kegiatan penelitian dan penulisan skripsi ini tidak lepas dari arahan, bimbingan, dan dorongan dari berbagai pihak baik secara moril maupun materil. Oleh sebab itu, pada kesempatan ini penulis mengucapkan terima kasih kepada :

1. Ibu Dr. Hj. Ratnawulan, M.Si., sebagai Ketua Jurusan Fisika FMIPA UNP dan sebagai pembimbing I yang telah banyak meluangkan waktu, pikiran, saran dan tenaga serta kesabaran beliau untuk membimbing penulis dalam penelitian dan penulisan skripsi ini.
2. Bapak Dr. Ramli, S.Pd,M.Si., sebagai pembimbing II yang telah banyak memberikan arahan, bimbingan dan saran hingga penulis dapat menyelesaikan skripsi ini.
3. Bapak Dr. H. Ahmad Fauzi, M.Si., Bapak Yohandri, M.Si, Ph.D., dan Bapak Zuhendri Kamus, S.Pd, M.Si sebagai penguji pada skripsi ini.

4. Bapak Dr. H. Ahmad Fauzi, M.Si., sebagai penasehat akademik yang telah memberikan masukan dan bimbingan selama perkuliahan.
5. Bapak Yohandri, Ph.D, sebagai Sekretaris Jurusan Fisika FMIPA UNP.
6. Ibu Syafriani, M.Si, Ph.D sebagai Ketua Program Studi Fisika FMIPA UNP.
7. Bapak/Ibu Dosen Staf pengajar Jurusan Fisika yang telah memberikan banyak ilmu dan pengetahuan selama perkuliahan kepada penulis.
8. Staf administrasi dan Laboran Jurusan FMIPA UNP.
9. Rekan-rekan mahasiswa Jurusan Fisika FMIPA UNP yang telah memberi dukungan dan memotivasi penulis dalam menyelesaikan skripsi ini.
10. Kedua orang tua dan semua anggota keluarga yang telah memberikan dorongan, motivasi, dan mendoakan penulis dengan setulus hati agar bisa lancar dalam menyelesaikan penelitian dan skripsi ini.
11. Semua pihak yang telah membantu penulis untuk menyelesaikan skripsi ini.

Penulis menyadari bahwa skripsi ini masih banyak terdapat kesalahan dan kekurangan. Maka, penulis mengharapkan kritik dan saran dari pembaca demi kesempurnaan skripsi ini. Penulis berharap semoga skripsi ini bermanfaat bagi kita semua. Semoga kritikan dan saran yang telah diberikan menjadikan masukan positif bagi penulis.

Padang, Mei 2016

Penulis

DAFTAR ISI

ABSTRAK	i
KATA PENGANTAR	ii
DAFTAR ISI	iv
DAFTAR GAMBAR	vi
DAFTAR TABEL	ix
DAFTAR LAMPIRAN	x
BAB I PENDAHULUAN	1
A. Latar Belakang	1
B. Rumusan Masalah	6
C. Batasan Masalah	6
D. Tujuan Penelitian	7
E. Manfaat Penelitian	7
BAB II KAJIAN PUSTAKA	8
A. Potensi Dunit di Sumatera Barat	8
B. Batuan Dunit	9
C. Kristalografi	16
1. Kristal	16
2. Struktur Kristal	17
D. Nanopartikel forsterite	19
1. Nanopartikel	19
2. Keunggulan Nanopartikel	20
3. Sintesis Nanopartikel	20
4. Nanopartikel Forterite.....	23
E. Pengaruh Waktu <i>Milling</i> Terhadap <i>Microstructure</i> Nanopartikel <i>Forsterite</i>	24
F. Pengaruh Waktu <i>Milling</i> Terhadap Ukuran Butir <i>Forsterite</i>	29
G. <i>High Energy Milling Ellipse 3D</i> (HEM-E 3D).....	37
H. <i>X-Ray Diffraction</i> (XRD)	42

I. <i>Scanning Electron Microscope</i> (SEM)	55
BAB III METODOLOGI PENELITIAN	58
A. Rancangan Penelitian	58
B. Waktu dan Tempat Penelitian	58
C. Variabel Penelitian	58
D. Prosedur Penelitian	59
1. Persiapan Penelitian	59
2. Pelaksanaan Penelitian	62
E. Diagram alir Penelitian	70
BAB IV HASIL PENELITIAN DAN PEMBAHASAN	71
A. Hasil Penelitian	71
1. Deskripsi Data	71
a. Data Hasil Karakterisasi menggunakan XRD	71
b. Data Hasil Karakterisasi menggunakan SEM	77
2. Analisis Data.....	81
a. Analisis Data Hasil Karakterisasi XRD	81
b. Analisis Data Hasil menggunakan SEM	87
B. Pembahasan	89
1. Pengaruh Waktu Milling Terhadap <i>Microstructure</i> Nanopartikel Forsterite	89
2. Pengaruh Waktu Milling Terhadap Ukuran Butir dan Morfologi Forsterite	92
BAB V PENUTUP	95
A. Kesimpulan	95
B. Saran	96
DAFTAR PUSTAKA	97
LAMPIRAN DATA BASE HASIL XRD	

DAFTAR GAMBAR

	Halaman
Gambar 1. Batuan Dunit	10
Gambar 2. Struktur Kristal <i>Olivine</i>	11
Gambar 3. Struktur Kristal <i>Forsterite</i>	12
Gambar 4. Struktur Kristal <i>Enstatite</i>	13
Gambar 5. Pola XRD Dunit tanpa kalsinasi dan kalsinasi pada suhu 700 °C, 800 °C , 900 °C, dan 1000 °C, dan 1100 °C	15
Gambar 6. Perbedaan Struktur Kristal dan <i>Amorf</i>	17
Gambar 7. Titik Kisi dalam Kristal	18
Gambar 8. Tujuh Sistem Kristal	19
Gambar 9. Ilustrasi Mekanisme Milling Tup Up Dan Tup Down	21
Gambar 10. Konsep Penghancuran Partikel Pada <i>Ball Mill</i>	22
Gambar 11 . Ilustrasi dari Gaya Difusi pada Kontak antara Partikel	26
Gambar 12. Hambatan Energi yang Memisahkan Keadaan Struktural	26
Gambar 13. Hasil XRD pembentukan fasa nano forsterite terhadap lamanya waktu <i>milling</i> menggunakan <i>ball milling</i>	28
Gambar 14. Skema Mekanisme <i>Ball Milling</i> Dari Pembentukan Nanopartikel Crystalline	31
Gambar 15. Ilustrasi setiap proses waktu <i>milling</i>	32
Gambar 16. Hasil SEM dan Perbandingan Ukuran Partikel terhadap Intensitas dengan Variasi Waktu <i>Milling</i>	33
Gambar 17. Hasil SEM yang telah dilakukan aktivasi mekanik selama 40 jam	35
Gambar 18. Hasil pengamatan morfologi dengan SEM serbuk <i>nanokristalline forsterite</i> yang telah di <i>milling</i> selama 10 jam dengan suhu <i>annealing</i> 1200 °C selama 2 jam	36
Gambar 19. <i>High Energy Milling Ellipse 3D (HEM-E 3D)</i>	38
Gambar 20. Interaksi antara bola-bola penggiling pada High Energy Ball	39
Gambar 21. Diagram tabung sinar X	37
Gambar 22. Transisi Elektron	44
Gambar 23. Perbandingan radiasi Cu dengan filter dan tanpa filter	45
Gambar 24. Difraksi Bragg	47
Gambar 25. Skema bagian-bagian XRD	54
Gambar 26. Difraktogram Hasil Analisis XRD	43
Gambar 27. <i>High Energy Milling Ellipse 3D</i>	60
Gambar 28. <i>X-Ray Diffraction</i>	61
Gambar 29. Neraca Analitik	61
Gambar 30. Sampel	62
Gambar 31. Hasil Preparasi Sampel	63
Gambar 32. Bola-bola <i>Milling</i>	63

DAFTAR TABEL

	Halaman
Tabel 1. Data hasil Kandungan Batuan Dunit	14
Tabel 2. Fasa dunit yang terbentuk pada masing-masing sampel	16
Tabel 3. Tujuh Sistem Kristal	18
Tabel 4. Spesifikasi High Energy <i>Milling ellipse 3D</i>	39
Tabel 5. Beberapa puncak trtinggi hasil difraksi sinar-x saat milling 5 jam	72
Tabel 6. Beberapa puncak trtinggi hasil difraksi sinar-x saat milling 5 jam	74
Tabel 7. Beberapa puncak trtinggi hasil difraksi sinar-x saat milling 5 jam	75
Tabel 8. Beberapa puncak trtinggi hasil difraksi sinar-x saat milling 5 jam	76
Tabel 9. Perubahan Fasa saat dipengaruhi waktu milling	85
Tabel 10. Data Analisis Ukuran Kristal Hasil Milling	86
Tabel 11. Ukuran Butir setiap Variasi Waktu Milling	88
Tabel 12. Beberapa penelitian tentang pengaruh waktu milling terhadap mikrostruktur forstrite	91
Tabel 13. Perbandingan Hasil Milling dari Beberapa Penelitian	93

DAFTAR LAMPIRAN

	Halaman
Lampiran 1. Data Base hasil XRD	102

BAB I

PENDAHULUAN

A. Latar Belakang

Indonesia merupakan negara yang berpotensi memiliki sumberdaya alam yang besar. Potensi alam tersebut meliputi minyak, gas, dan bahan-bahan galian mineral. Bahan-bahan galian mineral merupakan sumberdaya alam dapat diolah yang dimanfaatkan untuk perkembangan industri di Indonesia. Berbagai peningkatan permintaan dan pemanfaatan mineral di dunia mendorong negara-negara produsen mineral termasuk Indonesia untuk mengevaluasi potensi endapan mineral berskala nasional sebagai dasar dari kebijakan nasional dibidang eksplorasi dan eksploitasi mineral.

Pendayagunaan sumberdaya mineral logam dan non logam dalam rangka menuju kemakmuran rakyat harus dilakukan terencana, rasional, optimal, dan bertanggung jawab. Maka, diperlukan penilaian atau pengkajian tentang komoditi mineral, jumlah cadangan, cara pengelolaan yang optimal dan mempertimbangkan aspek sumberdaya alam lainnya. Salah satu wilayah di Indonesia yang memiliki potensi unggulan adalah Provinsi Sumatera Barat.

Hasil kajian tim Masterplan Percepatan dan Perluasan Pembangunan Ekonomi Sumatera Barat (MP3ESB) tahun 2012 - 2025 menunjukkan bahan tambang mineral merupakan salah satu potensi unggulan Sumatera Barat. Hal ini didasarkan atas kenyataan bahwa Sumatera Barat merupakan salah satu wilayah di

Kepulauan Indonesia yang mempunyai tatanan geologi cukup kompleks. Posisi Sumatera Barat yang berada di dekat tumbukan dua lempeng besar yaitu Lempeng Hindia Australia dan lempeng Eurasia disamping menerima akibat negatif yaitu daerah rawan bencana alam juga mendapat manfaat yaitu munculnya mineral-mineral ekonomis cukup besar. Potensi mineral ekonomis kebanyakan tersebar di Kabupaten Solok termasuk Solok Selatan, Kabupaten Pasaman termasuk Pasaman Barat, Kabupaten Agam, Lima Puluh Kota dan Tanah Datar.

Kabupaten Pasaman Barat yang berpotensi pada sektor industri dan bahan galian, selama ini belum memberikan kontribusi yang besar bagi Pasaman Barat. Bahan galian yang ada masih diolah dalam keadaan mentah (*raw material*) atau bahan setengah jadi sehingga memiliki nilai jual yang rendah. Melalui survei tim kerja Pemanfaatan Bahan Galian Subdin Geologi Sumberdaya Mineral Dinas Pertambangan dan Energi Sumbar, diketahui Pasaman Barat memiliki sumberdaya hasil tambang yang cukup menjanjikan, salah satunya adalah Batuan Dunit.

Thornhill (2011) memaparkan bahwa dunit mengandung sumber mineral penting yaitu *olivine*. *Olivine* merupakan sebuah kristal mineral silikat yang berbentuk isomorfis yang memiliki dua jenis kaya *forsterite* (Mg_2SiO_4) dan *olivine* yang kaya akan *fayalite* (Fe_2SiO_4).

Olivine yang terdapat *forsterite* dapat dimanfaatkan pada industri besi baja. *Forsterite* penting dalam sistem magnesia-silika dengan banyak sifat terkemuka yaitu stabilitas kimia yang terjadi pada suhu tinggi dan sifat elektrik

yang tinggi sehingga digunakan untuk melapisi bagian belakang, bagian pinggir, dan bagian depan peleburan baja (Mostavafi, 2013).

Kandungan dunit bermanfaat digunakan untuk industri besi dan baja. Forsterite sangat rugi jika dijual dalam keadaan mentah. Berdasarkan UU No. 4/2009 tentang pertambangan Mineral dan Batubara yang diimplementasikan oleh permen ESDM No. 7/2012, perlu dilakukan peningkatan nilai tambah mineral dengan tujuan agar kegiatan pertambangan di Indonesia memiliki rantai yang panjang dan tidak sekedar menjual bahan mentah diolah di dalam negeri sebelum diekspor.

Usaha untuk meningkatkan nilai tambah sumber daya alam telah dilakukan sintesis rekayasa untuk beberapa mineral penting seperti mangan, bijih besi, kuarsa, dunit dan serpentin dengan dipengaruhi temperatur kalsinasi (Ratnawulan dkk, 2013). Hasil dari sintesis ini ditemukannya fasa-fasa baru yang bernilai ekonomis yang sebelumnya tidak muncul dari mineral aslinya yang memiliki kemurnian yang tinggi. Mineral - mineral tersebut sangat diperlukan oleh industri besi baja nasional.

Wardani (2014) dalam penelitiannya menemukan bahwa ketika batuan dunit dipanaskan pada suhu 1000 °C muncul fasa *forsterite*. *Forsterite* yang didapatkan berukuran nano. Dalam perkembangan penelitian di bidang material saat ini, khususnya dalam skala nano sangat banyak dilakukan di seluruh dunia. Material nanopartikel adalah material - yang memiliki ukuran butir kecil dari 100

nm (Kaloari, 2014). Material nanopartikel memiliki sejumlah sifat kimia dan fisika yang lebih unggul dari material yang berukuran besar (*bulk*).

Nanopartikel *forsterite* dapat dibuat secara kimia dan secara mekanik. Metoda secara kimia yaitu metoda *kopresipitasi*, *solvothermal*, *sol gel*, *solid state*, dan lain-lain. Metoda secara mekanik yaitu aktivasi mekanik dengan menggunakan *ball mill* (Kumar, 2005). Keuntungan menggunakan *milling* secara mekanik merupakan metoda yang sederhana dan efektif untuk menumbuhkan kristal padat (ukuran butiran kristal menjadi kecil) tanpa melalui reaksi kimia yang membutuhkan waktu yang lama dalam proses sintesa nanopartikel (Kaushal, 2007).

Dalam penelitian ini alat yang akan digunakan untuk menjadikan nanopartikel *forsterite* adalah *High Energy Milling Ellipse 3D Motion* (HEM-E 3D). Alat ini akan mempermudah untuk menjadikan *powder forsterite* dalam bentuk nanopartikel.

Keuntungan nanopartikel *forsterite* dibandingkan *forsterite* biasa yaitu material nanopartikel *forsterite* bersifat sangat kuat, keras, dan ulet pada suhu tinggi, serta tahan air, tahan korosi dan memiliki sifat kimia yang sangat aktif sehingga dapat digunakan pada industri besi dan baja sebagai bahan pelapis pada tempat peleburan besi dan baja. Kajian dari segi ekonomis bahan *nano forsterite* jauh lebih ekonomis dari konvensional dan bahan *nano forsterite* tersedia secara komersial (Kaushal, 2007).

Penelitian tentang nanopartikel *forsterite* dilakukan oleh Tavangarian dan Emadi (2010) yang mana menggunakan sample sintetis dengan melakukan aktivasi mekanik dengan variasi *milling* 5 menit, 1 jam, 5 jam, 10 jam, 20 jam, dan 40 jam. Selama terjadinya peningkatan waktu *milling*, mengakibatkan terjadinya *internal microstrain* antara barisan partikel yang terbentuk. Fasa tunggal nanopartikel *forsterite* terbentuk setelah 40 jam *milling* sehingga mendapatkan ukuran butir dari *forsterite* yang dihasilkan adalah rentangan antara 0,1 – 2 μm .

Berdasarkan tinjauan literatur, walaupun banyak peneliti sebelumnya yang meneliti tentang pengaruh waktu *milling* terhadap nanopartikel *forsterite* tetapi bahan yang digunakan bahan sintetis dimana ketersediaan bahan yang terbatas, membutuhkan biaya yang mahal dan waktu yang lama dalam pembuatan bahan. Maka, penting untuk melakukan penelitian tentang nanopartikel *forsterite* yang ketersediaan bahannya berasal dari bahan galian yang ada di alam, yaitu bahan yang berasal dari batuan dunit.

Pada penelitian ini penulis ingin meneliti tentang pengaruh waktu *milling* terhadap *microstructure* dan ukuran butir nanopartikel *forsterite* dari Batuan Dunit yang ada di Daerah Jorong Tongar Nagari Aur Kuning, Kabupaten Pasaman Barat. Di daerah ini keberadaan dunit hanya dieksploitasi dalam keadaan mentah sebagai pupuk sehingga mempunyai nilai jual yang rendah. Untuk menjadikan bahan yang memiliki nilai jual tinggi maka dijadikan bahan yang berukuran nanopartikel sehingga dapat dimanfaatkan di dunia industri besi dan baja.

Penelitian ini dilakukan dengan variasi *milling* 5 jam, 10 jam, 20 jam, dan 40 jam, hal ini sesuai dengan penelitian Tavangarian (2010). Hasil *milling* tersebut akan dikarakterisasi menggunakan *X-ray Diffraction* (XRD) dan morfologi nanopartikel *forsterite* akan terlihat pada hasil *Scanning Electron Microscope* (SEM).

B. Rumusan Masalah

Berdasarkan latar belakang yang telah diuraikan, rumusan masalah penelitian ini adalah sebagai berikut :

1. Bagaimana pengaruh waktu *milling* terhadap *microstructure* nanopartikel *forsterite* yang diperoleh dari batuan dunit di Kabupaten Pasaman Barat dengan menggunakan alat karakterisasi *X-Ray Diffraction* (XRD) ?
2. Bagaimana pengaruh waktu *milling* terhadap ukuran butir nanopartikel *forsterite* diperoleh dari batuan dunit di Kabupaten Pasaman Barat dengan menggunakan alat karakterisasi *scanning electron microscope* (SEM) ?

C. Batasan Masalah

Berdasarkan rumusan masalah yang telah diuraikan, pembatasan masalah adalah sebagai berikut :

1. Variasi waktu *milling* : 5 jam, 10 jam, 20 jam, 40 jam (berdasarkan penelitian Tavangarian (2010) yang menggunakan bahan sintetis)
2. Mikrostruktur nanopartikel *forsterite* meliputi : (a) parameter kisi (a,b,c, α , β , γ , grup ruang, dan sistem kristal), (b) fasa, (c) ukuran kristal. Alat karakterisasi yang digunakan *X-Ray Diffraction* (XRD)

3. Ukuran butir atau partikel diperoleh dari morfologi yang didapatkan dari karakterisasi menggunakan *Scanning Electron Microscope* (SEM).

D. Tujuan Penelitian

Adapun tujuan dari penelitian ini adalah sebagai berikut :

1. Menyelidiki pengaruh waktu *milling* terhadap *microstructure* nanopartikel *forsterite* yang diperoleh dari batuan dunit di Kabupaten Pasaman Barat dengan menggunakan alat karakterisasi *X-Ray Diffraction* (XRD)
2. Mengetahui pengaruh waktu *milling* terhadap ukuran butir nanopartikel *forsterite* yang diperoleh dari batuan dunit di Kabupaten Pasaman Barat dengan menggunakan alat karakterisasi *Scanning Electron Microscope* (SEM)

E. Manfaat Penelitian

Adapun manfaat yang diharapkan dari penelitian ini adalah :

1. Bagi penulis sebagai syarat untuk menyelesaikan program S1 di Jurusan Fisika Universitas Negeri Padang
2. Hasil dari penelitian ini dapat dimanfaatkan untuk industri besi dan baja
3. Menambah pengetahuan pembaca tentang pengaruh waktu *milling* terhadap nanopartikel *forsterite* yang diperoleh dari bahan galian yaitu batuan dunit.
4. Menjadi tambahan literatur untuk peneliti selanjutnya.

BAB II

KAJIAN PUSTAKA

A. Potensi Dunit di Daerah Jorong Tongar Kabupaten Pasaman Barat

Kabupaten Pasaman merupakan sektor industri dan bahan galian, selama ini belum memberikan kontribusi yang besar bagi Pasaman. Berdasarkan suatu survei tim kerja Pemanfaatan Bahan Galian Subdin Geologi Sumberdaya Mineral Dinas Pertambangan dan Energi Sumbar, diketahui Kabupaten Pasaman memiliki sumberdaya hasil tambang yang cukup menjanjikan.

Survei yang dilaksanakan sejak 14 Oktober hingga 12 November 2002, diperkirakan potensi sumberdaya hipotetik bahan galian Batuan Dunit sebesar 2,4 miliar metrik ton, yang siap diolah menjadi salah satu sumber ekonomi Pasaman. Sumberdaya hipotetik tersebut, berlokasi di kawasan puncak Gunung Tongar (482,1 MDPL) di Kec. Pasaman, Gunung Sigapuk (493 MDPL) dan Gunung Karsik Putih, serta di Muaro Kiawai Kec. Lembah Malintang dengan areal total mencapai 16 juta m², dan ketebalan 50 meter dari permukaan tanah.

Menginventarisasi keunggulan potensi Sumatra Barat dalam bidang pertambangan perlu dilakukan karakterisasi fisis terhadap potensi Batuan Dunit. Dari hasil survei batuan dunit di Pasaman dapat diolah untuk membuka peluang baru dalam usaha pertambangan sehingga menjadi salah satu sumber ekonomi masyarakat setempat.

Batuan Dunit yang terdapat di daerah Jorong Tongar Kabupaten Pasaman Barat memiliki kandungan MgO melebihi dari daerah lain. Hal ini terlihat pada penelitian Didem (2012) dalam penelitiannya dunit yang berasal dari Turki Selatan memiliki komposisi kimia seperti FeO : 7,05 %, SiO₂ : 38,74%, MgO : 37,16 %, CaO : 9,24%, Al₂O₃ : 1,65 %. Subdinas (2002) memaparkan kandungan Batuan Dunit dari Muaro Kiawai Kabupaten Pasaman adalah SiO₂ : 34,28 %, MgO : 37,27 %, Al₂O₃ : 0.23 %, FeO: 12,58 %. Sedangkan menurut Wardani (2014) Batuan Dunit yang terdapat di Jorong Tongar Kabupaten Pasaman Barat memiliki komposisi kimia yaitu FeO : 11,12 %, SiO₂ : 31,18 %, MgO : 49,96 %, CaO : 7,31 %, Al₂O₃ : 0,43 %. Maka, kandungan MgO di daerah Jorong Tongar Kabupaten Pasaman Barat lebih tinggi dibandingkan dari yang lain.

B. Batuan Dunit

Batuan Dunit ini didominasi oleh “*ferromagnesian minerals*” yaitu unsur magnesium oksida (MgO) dan besi oksida (Fe₂O₃). Mineral *olivine* berwarna hijau, dengan kilap gelas, dan terbentuk pada temperatur yang tinggi. Mineral ini umumnya dijumpai pada batuan basalt dan ultramafik (Subdinas, 2002).

Dunit merupakan bahan utama dari mantel bumi dan jarang ditemukan dalam batuan kontinental, tetapi dunit ditemukan di dasar urutan ofiolit dimana lempengan batu mantel dari zona subduksi telah terangkat ke kerak benua ketika terjadi tumbukan antar benua. Pembentukan dunit berlangsung pada kondisi padat atau hampir padat (pada temperatur yang tinggi) dalam larutan magma dan

sebelum mendingin pada temperatur tersebut, batuan tersebut siap bersatu membentuk massa *olivine anhedral* yang saling mengikat (Koukouzasa, 2009).

Dunit merupakan batuan yang mengandung mineral utama *olivine*, diagram fasanya menunjukkan bahwa terdiri dari dua fasa yaitu *forsterite* dan *fayalite*. Fasa *forsterite* meleleh pada suhu 1890°C dan *fayalite* meleleh pada suhu 1205°C (Nelson, 2012).



Gambar 1. Batuan Dunit (Subdinas, 2002)

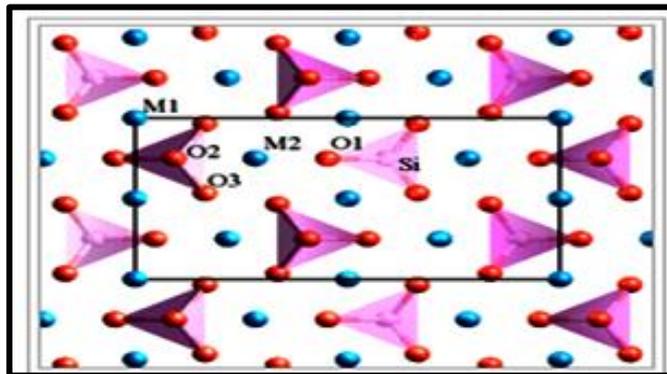
Karakteristik dunit (Waheed, 2002), sebagai berikut :

Warna	: Hijau Kehitaman
Genesa batuan	: Intrusif
Komposisi batuan	: <i>Olivine</i>
Ukuran butir	: Fanerik
Jenis batuan	: Beku Ultrabasa

Menurut *Government of Indian*, Dunit merupakan batuan monomineralik ultrabasik yang terkandung banyak olivine. Dunit mengandung 36-42 % MgO dan 36-39 % SiO₂. *Olivine* merupakan sumber komersial dari kombinasi magnesia dengan silika yang digunakan pada metalurgi. Kandungan tersebut akan meningkat jika dipengaruhi peningkatan suhu.

1. Olivine

Mineral dalam kelompok *olivine* mengkristal dalam sistem ortorombik (grup ruang Pbnm) dengan silikat, yang berarti bahwa *olivine* adalah nesosilikat. Dalam pandangan alternatif, struktur atom dapat digambarkan sebagai heksagonal, dekat ion oksigen dengan setengah dari atom oktahedral berikatan dengan magnesium atau ion besi dan seperdelapan dari tetrahedral ditempati oleh ion silikon (Government of Indian, 2015). Bentuk struktur kristal *olivine* dapat dilihat pada Gambar 2.



Gambar 2. Struktur Kristal *Olivine* (Government of Indian, 2015)

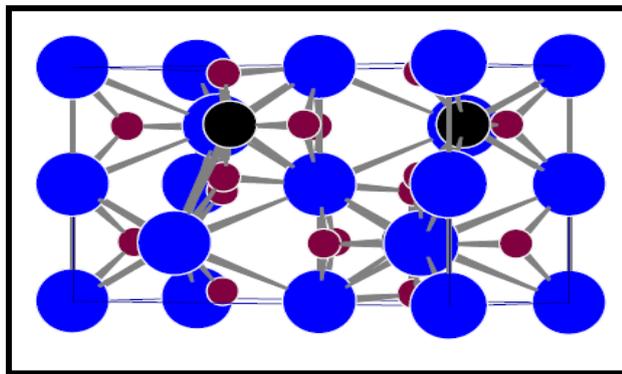
Mineral utama yang terkandung dalam dunit ialah *olivine*. Berikut merupakan sifat fisis dari mineral *olivine*.

Kategori	: Nesosilikat
Formula kimia	: $(\text{Mg,Fe})_2\text{SiO}_4$
Warna	: kuning sampai kuning kehijauan
Sifat Kristal	: masif sampai granular
Sistem Kristal	: Ortorombik
Grup ruang	: Pbnm

Mineral *olivine* memiliki grup atau rumus molekul berdasarkan senyawa penyusunnya. Berikut sifat fisis dari anggota *olivine*.

a. *Forsterite*

Forsterite merupakan anggota dari mineral *olivine* yang disusun oleh Mg dan Si. Rumus umumnya ialah Mg_2SiO_4 . Pada Gambar 3 terlihat bentuk struktur kristal *forsterite*.



Gambar 3. Struktur Kristal *Forsterite* (Kraus dan Nolze, 1995)

Gambar 3 merupakan struktur kristal atom, dimana gambar atom magnesium (Mg) ditunjukkan dengan warna biru, *silicon* (Si) warna hitam, dan Oksigen (O) warna ungu.

Sifat umum dari *forsterite* (Kent, 1998)

- 1) Sistem kristal : orthorombik
- 2) Dimensi sel (Å°) : $a= 4.754, b= 10.197, c=5.9806$
- 3) Kepadatan (g cm^{-3}) : 3.275
- 4) Kekerasan : 7
- 5) Grup ruang : Pbnm

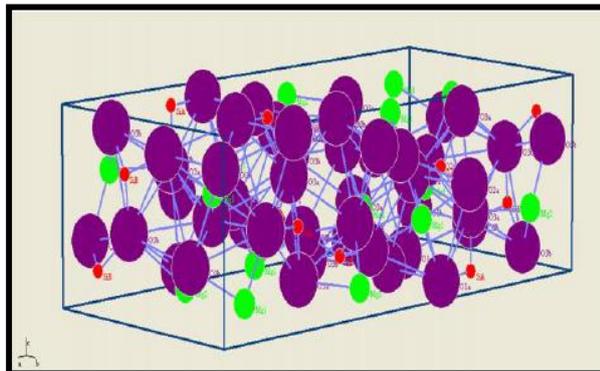
b. *Fayalite*

Fayalite merupakan anggota dari mineral *olivine* yang disusun oleh Fe dan Si. Rumus umumnya ialah Fe_2SiO_4 .

Sifat umum dari *fayalite* (Kent, 1998)

- 1) Sistem kristal : orthorombik
- 2) Dimensi sel (Å°) : $a = 4.79\text{Å}$, $b = 10.39\text{Å}$, $c = 6.06\text{Å}$
- 3) Kepadatan (g cm^{-3}) : 3.275
- 4) Kekerasan : 7

c. *Enstatite*



Gambar 4. Struktur Kristal *Enstatite* (Kraus dan Nolze, 1995)

Gambar 4 merupakan struktur kristal *enstatite*. *Enstatite* memiliki struktur kristal orthorombik dengan jari-jari atom Mg sebesar $0,75\text{Å}$, Si sebesar $0,4\text{Å}$, dan O sebesar $1,35\text{Å}$. Dalam gambar Mg ditunjukkan dengan warna hijau, Si warna merah, dan O warna ungu.

Sifat umum dari *Enstatite* (Kent, 1998)

- 1) Sistem kristal : orthorombik
- 2) Dimensi sel (Å°) : $a = 18.23\text{Å}$, $b = 8.8191\text{Å}$, $c = 5.1802\text{Å}$
- 3) Kepadatan (g cm^{-3}) : 3.189 g/cm^3
- 4) Kekerasan : 5 – 6

- 5) Grup ruang : Pbc_a {P2₁/b 2₁/c 2₁/a}
- 6) Titik lebur (°C) : 1557
- 7) Permittivitas dielektrik : 8,23

Jadi, struktur kristal pada dunit ialah orthorombik karena mineral utama penyusun dunit ialah *olivine*. *Olivine* ini terbagi dua yaitu *olivine* kaya akan Mg dinamakan *forsterite* dan *olivine* kaya akan Fe dinamakan *fayalite*. Selain itu, terdapat juga *enstatite* yang merupakan fasa yang terbentuk akibat *olivine* yang teroksidasi. Ketiganya memiliki struktur kristal orthorombik namun memiliki grup ruang yang berbeda.

Berdasarkan penelitian Wardani (2014) diketahui hasil karakterisasi menggunakan XRF untuk sampel Batuan Dunit yang terdapat di daerah Jorong Tongar Nagari Aur Kuning Kabupaten Pasaman Barat Sumatera Barat. Kandungan Batuan Dunit yang dikarakterisasi dengan XRF terlihat pada pada Tabel 1.

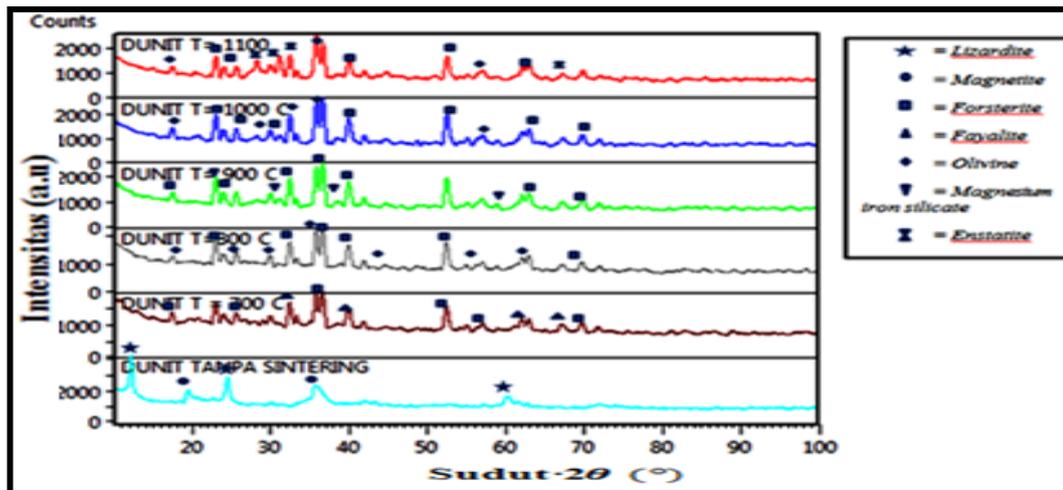
Tabel 1. Data Hasil Kandungan Batuan Dunit

No	Kandungan Batuan Dunit	
	Nama Unsur	Kadar (%)
1	Ca	7,31
2	Si	31,18
3	Al	0,43
4	Fe	11,12
5	Mg	49,96

(Sumber : Wardani, 2014)

Tabel 1 terlihat unsur yang mendominasi sampel dunit adalah Mg, disusul oleh unsur Si, Fe dan unsur lainnya. Jadi, dunit banyak terkandung magnesium

dan silika, hasil kalsinasi oleh Wardani (2014) terjadi perubahan fasa dari batuan dunit tersebut. Perubahan fasa tersebut dilihat dari hilang dan munculnya puncak fasa dunit pada pola XRD. Fasa dunit yang terbentuk akibat temperatur kalsinasi diperlihatkan pada Gambar 5.



Gambar 5. Pola XRD Dunit tanpa Kalsinasi (temperatur 26°C), kalsinasi 700°C , 800°C , 900°C , 1000°C dan 1100°C (Wardani, 2014).

Gambar 5 merupakan hasil analisis data XRD untuk masing-masing sampel terlihat bahwa variasi temperatur kalsinasi mempengaruhi fasa dunit yang terbentuk. Fasa yang muncul pada batuan dunit setelah diberi pengaruh variasi temperatur ditampilkan pada Tabel 2.

Tabel 2. Fasa dunit yang terbentuk pada masing-masing sampel

No	Temperatur Kalsinasi	Fasa <i>Lizardite</i>	Fasa <i>Magnetite</i>	Fasa <i>Fayalite</i>	Fasa <i>Forsterite</i>	Fasa <i>Olivine</i>	Fasa <i>Magnesium Iron Silicate</i>	Fasa <i>Enstatite</i>
1	Tanpa kalsinasi	√	√					
2	700°C			√	√			
3	800°C				√	√		
4	900°C				√		√	
5	1000°C				√	√		
6	1100°C				√	√		√

(Sumber : Wardani, 2014)

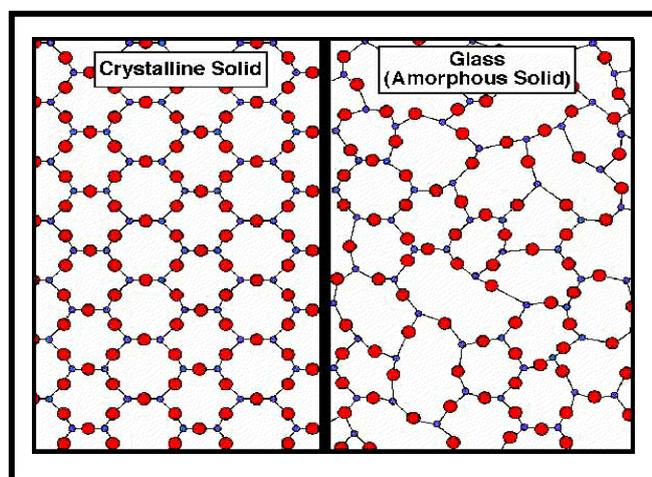
Berdasarkan Tabel 2, sampel tanpa dikalsinasi ditemukan 2 jenis fasa dunit yaitu *magnetite* dan *lizardite*. Pada sampel 700°C ditemukan 2 jenis fasa meliputi *fayalite*, dan *forsterite*. Sampel 800°C terdapat 2 jenis fasa seperti *forsterite*, *olivine*. Sampel 900°C terdapat 2 jenis fasa seperti *forsterite* dan magnesium iron silicate. Sedangkan pada sampel 1000°C dan 1100°C sama-sama memiliki fasa *forsterite* dan *olivine*, namun pada temperatur 1100°C muncul fasa baru yaitu *enstatite*.

C. Kristalografi

1. Kristal

Kristal adalah susunan yang padat dari atom-atom yang tersusun dalam pola yang berulang (periodik) dalam ruang tiga dimensi (Suud dan Hufri, 2003). Perbedaan kristal dengan *amorf* adalah susunan atomnya. Sedangkan *amorf* mempunyai struktur menyerupai pola hampir sama dengan kristal, akan tetapi pola susunan atom-atom, ion-ion atau molekul-molekul yang dimiliki tidak teratur

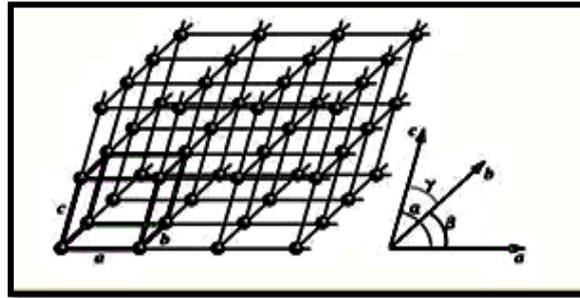
dengan jangka yang pendek. *Amorf* terbentuk karena proses pendinginan yang terlalu cepat sehingga atom-atom tidak dapat dengan baik menempati lokasi kisinya. Bahan seperti gelas, nonkristalin ataupun vitrus yaitu memiliki struktur yang identik dengan *amorf* (Smallman, 2000). Susunan dua-dimensional simetris dari dua jenis atom yang berbeda antara kristal dan *amorf* ditunjukkan pada Gambar 6.



Gambar 6. Perbedaan Struktur Kristal dan *Amorf* (Smallman, 2000)

2. Struktur Kristal

Kristal yang ideal disusun oleh satuan-satuan struktur yang identik secara berulang yang tak hingga di dalam ruang. Struktur kristal dapat dipisahkan ke dalam suatu grup berdasarkan konfigurasi sel satuan atau susunan atom (Cullity, 1956). Struktur kristal dapat menjelaskan susunan atom-atom, arah kristal dan bentuk kristal. Struktur kristal terdiri dari *lattice* (kisi) dan basis. Kisi merupakan susunan titik yang teratur dan periodik di dalam ruang sedangkan basis merupakan sekumpulan atom-atom (Sud dan Hufri, 2003). Gambar kisi kristal ditunjukkan pada Gambar 7.



Gambar 7. Titik Kisi dalam Kristal (Meilina, 2007)

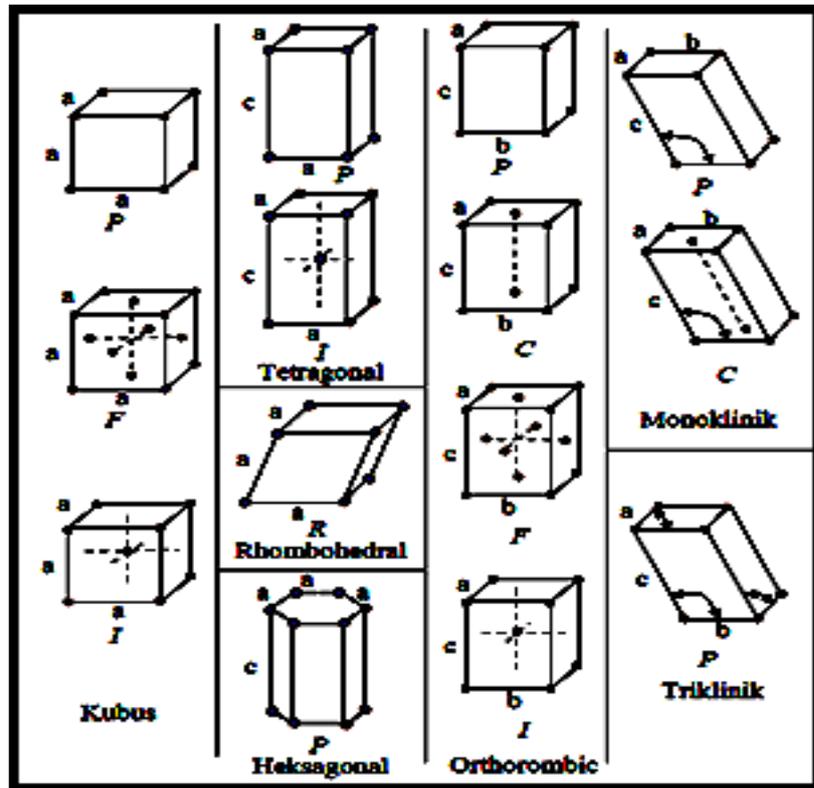
Kisi bidang dan kisi ruang kristal mempunyai 14 kisi dan berdasarkan perbandingan sumbu-sumbu kristal dan hubungan sudut satu dengan sudut yang lain, kristal dikelompokkan menjadi 7 sistem kristal (Vlack, 2004). Tujuh sistem kristal dapat dilihat pada Tabel 3.

Tabel 3. Tujuh Sistem Kristal

No	Sistem Kristal	Parameter Kisi	Kisi Bravais	Simbol
1	Kubik	$a = b = c$ $\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$	Simpel Pusatbadan Pusatmuka	P I C
2	Monoklinik	$a \neq b \neq c$ $\alpha = \beta = 90^\circ \neq \gamma$	Simpel PusatDasar	
3	Triklinik	$a \neq b \neq c$ $\alpha = \beta = 90^\circ \neq \gamma$	Simpel	P
4	Tetragonal	$a = b \neq c$ $\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$	Simpel PusatBadan	P I
5	Orthorombik	$a \neq b \neq c$ $\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$	Simpel PusatDasar PusatBadan PusatMuka	P C I F
6	Trigonal/Rhombohedral	$a = b = c$ $\alpha = \beta = 90^\circ, \gamma = 120^\circ$	Simpel	P
No	Sistem Kristal	Parameter Kisi	Kisi Bravais	Simbol
7	Hexagonal/Rhombohedral	$a = b \neq c$ $\alpha = \beta = 90^\circ, \gamma = 120^\circ$	Simpel	P

(Sumber : Vlack, 2004)

Adapun tujuh sistem kristal dan 14 kisi bravais dapat dilihat pada Gambar 8.



Gambar 8. Tujuh Sistem Kristal dan 14 Kisi Bravais (Vlack, 2004)

D. Nanopartikel *Forsterite*

1. Nanopartikel

Nanopartikel merupakan partikel dengan diameter lebih kecil dari 100 nm. Nanopartikel memiliki beberapa kelebihan yaitu memiliki luas permukaan sentuh yang lebih besar sehingga ikatan antara satu partikel dengan yang lain mudah terbentuk (Kaloari, 2014).

2. Keunggulan Nanopartikel

Nanopartikel memiliki sifat yang unggul dibandingkan ukuran mikro. Pada skala nano sifat-sifat mekanis, optis, serta sifat-sifat kimia dari material tersebut dapat mengalami perbedaan signifikan dengan sifat-sifat dari material berukuran mikrometer atau material ruah (Bell, 2006). Menurut *Academie des Science* (2014) nanopartikel atau rekayasa nanomaterial merupakan teknik manipulasi material pada skala makromolekul, molekul dan atom yang memiliki perbedaan sifat-sifat signifikan dengan sifat material pada skala yang lebih luas.

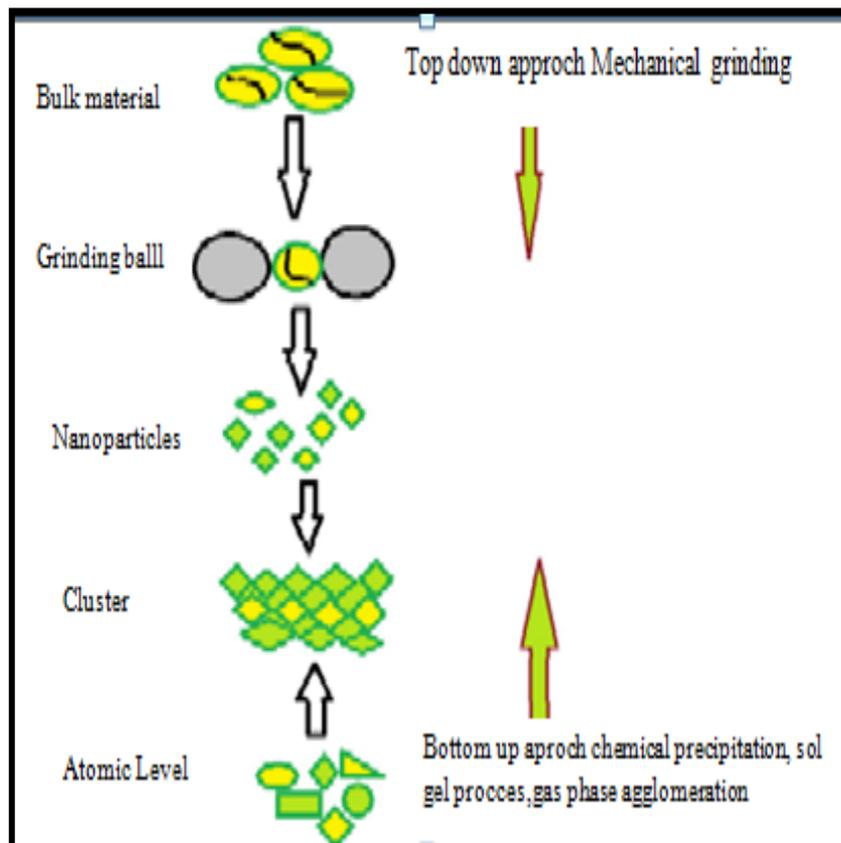
Nanopartikel menawarkan beberapa keuntungan yang dapat menjadi alasan dilakukannya rekayasa material. Nanopartikel ditujukan untuk optimalisasi dan efisiensi dari material, sehingga meningkat saat berukuran nano. Hal ini terjadi seiring dengan adanya peningkatan sifat-sifat dan performa material yang direkayasa (Nuryadi, 2009).

Adityawarman (2009) lebih jauh menjelaskan bahwa perubahan sifat yang sering diamati pada rekayasa material nano adalah meningkatnya luas permukaan, titik leleh, reaktifitas, konduktivitas, serta kekuatan mekanik.

3. Sintesis Nanopartikel

Sintesis nanopartikel dapat dilakukan dengan dua cara, yaitu secara *top down* dan *bottom up*. *Top down* merupakan pembuatan struktur nano dengan memperkecil material yang besar dengan cara aktivasi mekanik, sedangkan *bottom up* merupakan cara merangkai atom atau molekul dan menggabungkannya melalui reaksi kimia untuk membentuk nanostruktur. Contoh metode *top down*

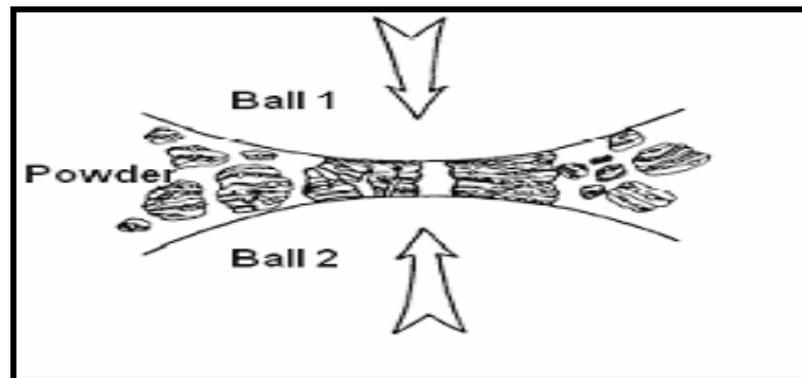
adalah penggerusan dengan alat *milling*, sedangkan teknologi *bottom up* yaitu menggunakan teknik *sol gel*, presipitasi kimia, dan aglomerasi fasa (Kumar, 2005). Metode *tup down* dan *top up* dapat diilustrasikan pada Gambar 9.



Gambar 9. Ilustrasi Mekanisme *Milling Top Up* Dan *Tup Down* (Guerard dan Janot, 2005).

Milling secara mekanik merupakan metoda yang sederhana dan efektif untuk menumbuhkan kristal padat (ukuran butiran kristal menjadi lebih kecil) tanpa melalui fasa vaporasi atau reaksi kimia, seperti yang biasanya diperlukan dalam proses sintesis lainnya. Mesin penghalus ini mampu mengubah sampel yang keras dan mudah pecah menjadi sampel analitis yang berbentuk serbuk (Kaushal, 2007).

High Energy Milling (HEM) merupakan salah satu alat yang digunakan untuk aktivasi mekanik. *High Energy Milling* (HEM) merupakan alat penggiling bola yang digunakan untuk melakukan proses pemaduan mekanik skala kecil dalam laboratorium. Konsep *milling* ini dapat dijelaskan pada Gambar 10.



Gambar 10. Konsep Penghancuran Partikel Pada *Ball Mill* (Calka dan Nikolov, 1995).

Gambar 10 merupakan konsep *milling* yang terjadi pada *ball mill*. Menurut Ozkaya (2008) konsep *milling* pada *ball mill* digunakan untuk menjadikan material berukuran nano. Prosedur penggilingan dengan *High Energy Milling* adalah serbuk dimasukkan ke dalam sebuah *chamber* logam dengan beberapa bola baja didalamnya yang bergerak berputar terus-menerus. Di dalam *chamber* logam tersebut bola-bola akan saling bertumbukan. Akibat tumbukan bola ini, maka serbuk homogen yang dimasukkan ke dalam alat ini akan tertumbuk diantara bola-bola tersebut. Hal ini mengakibatkan partikel tersebut akan pecah. Begitu seterusnya hingga mencapai ukuran yang diinginkan.

4. Nanopartikel *Forsterite*

Nanopartikel *Forsterite* baik digunakan pada industri besi dan baja karena dengan titik leleh yang tinggi (1890 °C), Suhu ekspansi rendah, stabilitas kimia yang baik dan memiliki sifat insulasi yang baik yang terjadi pada temperature tinggi sehingga bagus digunakan sebagai bahan pelapis bagian belakang, bagian pinggir, dan dan bagian depan tungku peleburan baja (Sasikala, 2008).

Keuntungan nanopartikel *forsterite* yakni material nanopartikel *forsterite* bersifat sangat kuat, keras, dan ulet pada suhu tinggi, serta tahan air, tahan korosi dan memiliki sifat kimia yang sangat aktif sehingga dapat digunakan pada industri besi dan baja sebagai bahan pelapis anti korosi. Kajian dari segi ekonomis bahan *nano forsterite* atau nanomaterial jauh lebih ekonomis dari konvensional dan bahan *nano forsterite* tersedia secara komersial (Kaushal, 2007).

Pembentukan Nanopartikel *forsterite* telah banyak dilakukan oleh beberapa penelitian. Penelitian Tavangarian dan Emadi (2010) nanopartikel *forsterite* dapat terbentuk dengan menggunakan metoda aktivasi mekanik selama 60 jam dengan suhu pemanasan 1200 °C dengan menggunakan *ball milling* didapatkan ukuran butirnya kurang dari 500 nm. Variasi waktu *milling* yang digunakan yaitu 1 menit, 1 jam, 5 jam, 10 jam, 20 jam, 40 jam, dan 60 jam. Karakterisasi dengan menggunakan XRD terdapat Fe dan Cr dengan kandungan yang rendah yaitu Fe kadarnya 0,4256 % dan Cr kadarnya 0,5056 %. Meskipun hasil yang didapatkan terkontaminasi dengan level rendah, akan tetapi kontaminasi sampel dengan unsur lain dapat mempengaruhi sifat final *product*.

Sedangkan penelitian Tavangarian dan Emadi (2010) yang lain, penelitiannya menggunakan sample sintetis dengan melakukan aktivasi mekanik dengan variasi *milling* 5 menit, 1 jam, 5 jam, 10 jam, 20 jam, dan 40 jam. Selama terjadinya peningkatan waktu *milling*, mengakibatkan terjadinya *internal microstrain* antara barisan partikel yang terbentuk. Fasa tunggal *nano forsterite* terbentuk setelah 40 jam *milling* dan suhu pemanasan 1000 °C dengan waktu penahanan 1 jam. Ukuran butir dari *forsterite* yang dihasilkan adalah rentangan antara 0,1 – 2 µm.

Penelitian lain juga dilakukan cheng (2011) dimana proses *milling* dilakukan dengan variasi waktu 5 jam, 10 jam, dan 20 jam, dan *milling* 30 jam dengan variasi temperatur 850 °C - 1100 °C. Penelitian ini menemukan bahwa *powder* yang telah dipanaskan di atas 850 °C dengan peningkatan waktu *milling* selama 5 jam - 30 jam, rata-rata ukuran partikel berkurang menjadi 147,4 nm.

E. Pengaruh Waktu *Milling* Terhadap *Microstructure* Nanopartikel *forsterite*

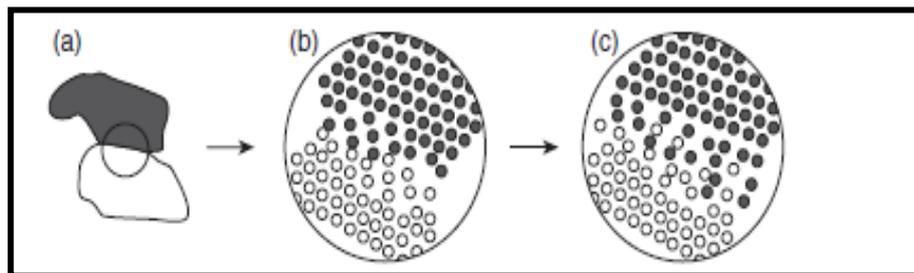
Parameter waktu *milling* sangat berpengaruh terhadap *microstructure* nanopartikel *forsterite*. *High Energy Milling* digunakan untuk aktivasi mekanik pada *forsterite* dengan menggunakan kecepatan 500 rpm maka akan terjadi tumbukan antara bola-bola *milling* sehingga mampu menghasilkan energi. Energi hasil tumbukan itulah yang digunakan untuk merenggangkan atau memutuskan ikatan atom-atom pada sampel *forsterite*. Semakin lama waktu penggilingan maka akan meningkatkan suhu pada tumbukan bola-bola *milling*. Dalam prosesnya semakin cepat perputaran *ball mill* maka energi yang dihasilkan juga semakin

besar dan menghasilkan temperatur yang semakin tinggi (Calka dan Nikolov, 1995).

Temperatur yang tinggi menguntungkan dibebberapa kasus yang memerlukan proses difusi untuk menunjang proses pemaduan pada serbuk dan mengurangi *internal stress* atau bahkan menghilangkannya. Akan tetapi dalam beberapa kasus peningkatan temperatur sangat merugikan karena dapat menghasilkan fasa yang tidak stabil sehingga akan membentuk struktur lainnya selama proses *milling* berlangsung dan ukuran serbuk menjadi lebih besar. Pada temperatur yang tinggi struktur kristal dapat tumbuh dengan cepat, namun cacat kristal yang terbentuk juga akan lebih banyak. Parameter kisi dari kristal akan ikut berubah akibat cacat kristal oleh tumbukan tersebut. Bahan yang telah panas kemudian didinginkan secara perlahan agar atom-atom dalam bahan tersebut dapat tersusun secara teratur menempati kisi-kisinya membentuk suatu kristal. Pergerakan dari atom-atom akan mempengaruhi dari struktur kristal yang semakin lama *dimilling*. Pada waktu tertentu akan terjadi perubahan fasa (Amin, 2012).

Fasa adalah material yang memiliki struktur dan komposisi yang berbeda dari yang lainnya (Vlack, 2004). Jumlah fasa kristalin memiliki cukup banyak kombinasi atom-atomnya atau kelompok-kelompok atom. Fasa *amorf* relatif sedikit karena tidak memiliki tatanan rentang-panjang dan susunan atomnya tidak jelas. Perbedaan fasa yang terjadi tidak lepas dari pengaruh energi yang dimiliki atom-atom untuk proses difusi. Pada suatu level energi tertentu, atom-atom dapat saling menjauhi. Apabila suatu atom memiliki cukup energi untuk mendobrak

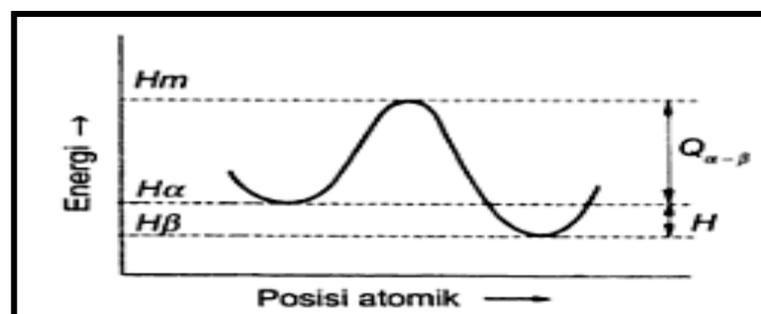
ikatanya maka akan terjadi proses difusi (Vlack, 1995). Atom-atom yang berdifusi dapat berpindah dari suatu lokasi kisi-fasa α ke kisi fasa b. Berikut pada Gambar 11 ilustrasi dari gaya difusi kontak antara partikel.



Gambar 11 . Ilustrasi Gaya Difusi pada Kontak antara Partikel. Proses Sempel dapat Dijelaskan dari Prinsip Difusi Mekanik (Eckert, 1992).

Gambar 11 memperlihatkan proses difusi antar partikel, aktivasi mekanik yang diberikan dengan *milling* menggunakan *ball milling* mengakibatkan difusi lebih cepat terjadi pada daerah yang susunan atomnya makin acak, karena energinya makin besar sehingga pergerakan atom juga semakin mudah (Sopicka,2010).

Perpindahan atom-atom ini dapat terjadi, apa bila atom tersebut memiliki energi untuk melewati hambatan potensial seperti yang ditampilkan pada Gambar 12.



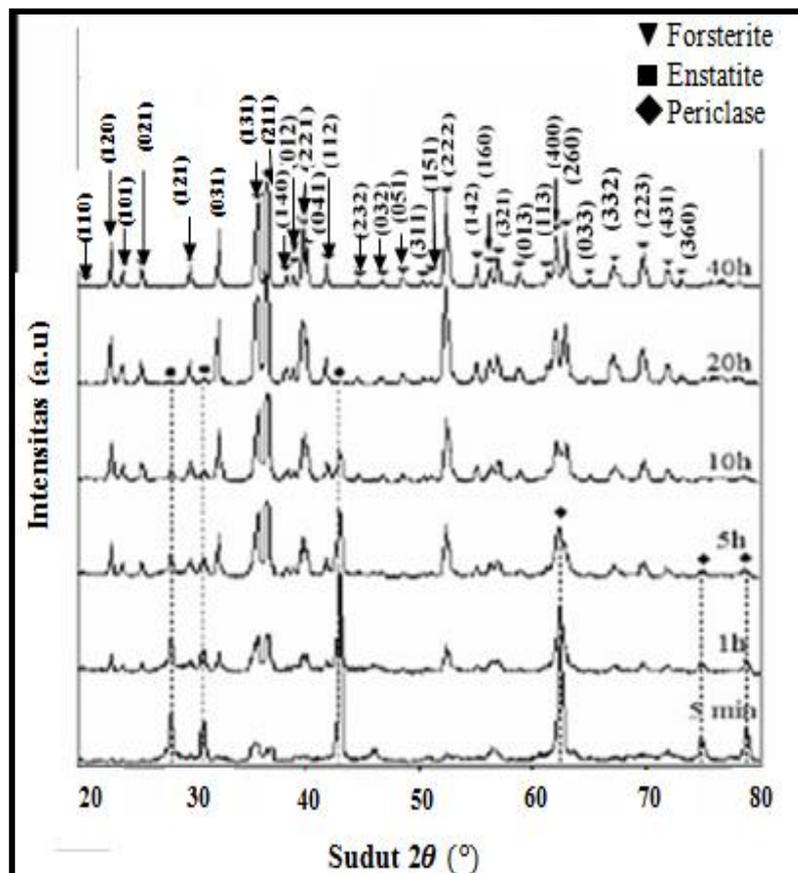
Gambar 12. Hambatan Energi yang Memisahkan Keadaan Struktural (Smallman, 2000)

Hambatan potensial yang harus dilalui atom diakibatkan oleh gaya interatomik yang bergerak, kelompok atom yang berada didekatnya, dan atom yang berada di lokasi baru. Pada Gambar 12 dapat diketahui bahwa untuk melewati hambatan potensial maka atom harus memiliki energi lebih besar dari energi $Q_{\alpha-\beta} = H_m - H_a$ untuk *milling* yang terus diberikan. Jika ini terpenuhi maka atom meninggalkan *matriks* (struktur lama) dan membentuk nukleus fasa baru yang kecil. Fasa baru kecil ini kemudian tumbuh dan terbentuk fasa baru secara keseluruhan (Smallman, 2000).

Aktivasi mekanik berkaitan dengan pembentukan material yang menyebabkan regangan pada campuran padatan. Hal ini merupakan salah satu bentuk dari *mechanical alloying*, dengan melibatkan dua serbuk penyusun dengan distribusi ukuran yang heterogen yang akan mempengaruhi sifat material serta mekanisme pembentukan fasa suatu material. Prosesnya terlihat *simpel*, dimana jenis logam yang berbeda dapat berikatan melalui pertukaran jarak pendek antar atom yang disebut difusi atom, hal ini dapat terjadi bila atom memiliki cukup energi untuk melepaskan ikatan dengan atom sekitarnya sehingga dapat berpindah dari posisi kisinya semula ke posisi kisi yang kosong (Sopicka, 2010).

Berdasarkan beberapa konsep tersebut, hal ini sesuai dengan penelitian yang dilakukan oleh Tavangarian dan Emadi (2009) penelitiannya dengan melakukan aktivasi mekanik terhadap *forsterite* sehingga menghasilkan nano *forsterite* dengan variasi waktu *millling* 5 menit, 1 jam, 5 jam, 10 jam, 20 jam, dan 40 jam dengan suhu *annealing* 1000 °C - 1200 °C selama 1 jam. Rasio antara bola-bola

penggilingan dengan powder yaitu 10 : 1 dan kecepatan rotasinya 500 rpm. Hasil waktu penggilingan maksimum 40 jam dengan suhu pemanasan 1000 °C . nanopartikel *forsterite* dapat terbentuk dengan menggunakan metoda aktivasi mekanik selama 10 jam dengan menggunakan *ball milling* dengan suhu pemanasan 1000 °C didapatkan ukuran kristal nanopartikel *forsterite* 40 nm. Sedangkan 5 jam penggilingan menggunakan *ball milling* dengan suhu pemanasan 1000 °C didapatkan ukuran kristal nano *forsterite* 60 nm. Hal ini terlihat hasil XRD pada Gambar 13.



Gambar 13. Hasil XRD Pembentukan Fasa Nano Forsterite terhadap Waktu Milling Menggunakan Ball Milling (Tavangarian, 2010).

Gambar 13 terlihat hasil XRD bahwa pembentukan fasa *forsterite* meningkat dengan meningkatnya waktu *milling* sedangkan fasa yang lain seperti *periclase* (MgO) dan *enstatite* (MgSiO₃) menurun intensitas puncak difraksinya sedangkan intensitas puncak *forsterite* meningkat. Fasa *nano forsterite* dihasilkan setelah waktu *milling* selama 40 jam, Hal ini terjadi selama waktu penggilingan reaksi antara MgO dengan MgSiO₃ akan terbentuk *forsterite* (Mg₂SiO₄). Jadi, waktu *milling* maksimum untuk aktivasi mekanik *nano forsterite* adalah selama 40 jam, intensitas puncak difraksi tertinggi terjadi pada sudut $2\theta \approx 35^\circ$.

F. Pengaruh Waktu *Milling* Terhadap Ukuran Butir *Nanopartikel Forsterite*

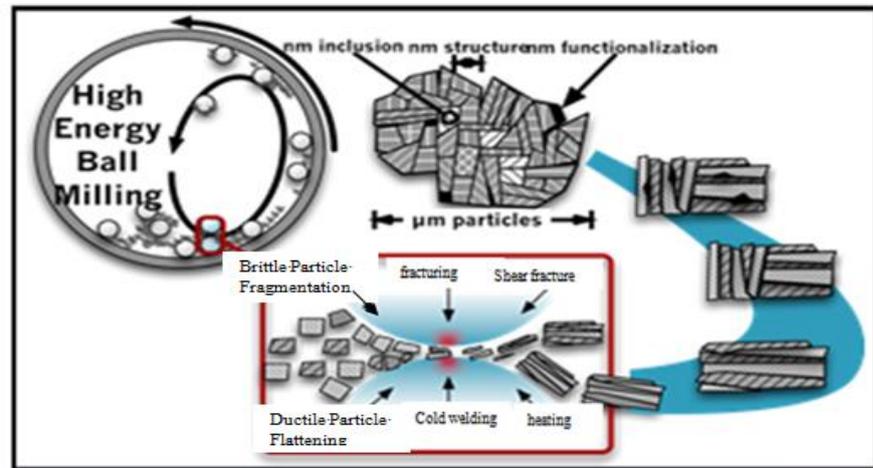
Paduan mekanik telah banyak digunakan untuk senyawa yang lebih umum yang melibatkan oksida. Proses ini disebut sintesis mekanik dimana produk dihasilkan dari *milling*, tanpa proses pemanasan. Hal ini menegaskan bahwa manfaat teknologi regangan mekanik yang berhubungan dengan pembentukan material sebagian besar berhubungan dengan interaksi campuran padatan, dipicu dengan banyak faktor, mencakup difusi jarak pendek antar atom. Percobaan menggunakan regangan mekanik campuran padatan untuk mendapatkan campuran atau komposit oksida yang merupakan hasil dari *milling*.

Parameter waktu *milling* berpengaruh terhadap besar intensitas yang terukur, Semakin lama waktu penggilingan terhadap sampel maka semakin meningkat intensitas puncak difraksi yang terjadi. Menurut Cheng (2011) meningkatnya waktu *milling* yang dilakukan dengan aktivasi mekanik maka fasa *forsterite* yang

dihasilkan semakin meningkat. Waktu *milling* berpengaruh terhadap morfologi *nano forsterite*. Semakin lama penggilingan terhadap sampel maka semakin *smooth* permukaan yang dihasilkan, hal ini terjadi karena tumbukan yang berulang antara bola-bola *milling* dengan serbuk. Permukaan yang *smooth* didapatkan sebelum waktu optimum *milling* pada sampel. Jika *dimilling* dengan melebihi waktu *milling* optimum maka ukuran butir dari partikel *nano forsterite* tersebut akan menjadi besar karena meningkatnya waktu *milling* akan mengakibatkan partikel tersebut akan *beraglomerasi* dengan partikel yang ada disekitarnya.

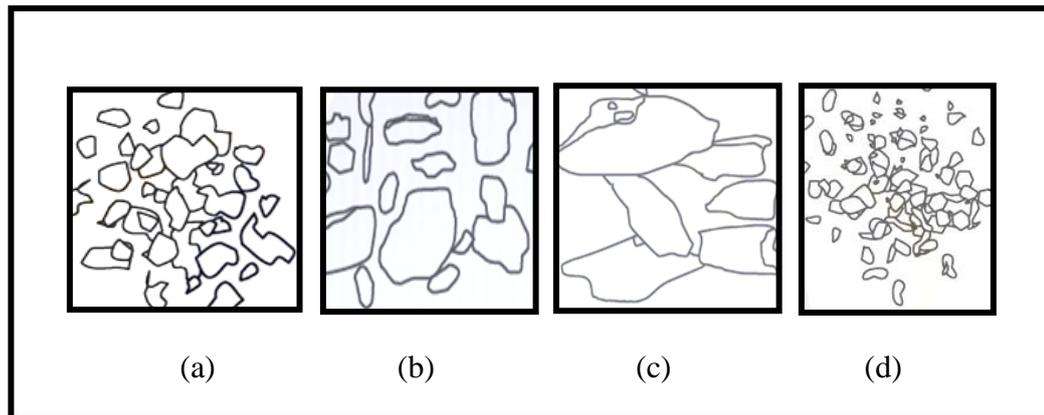
Aktivasi mekanik merupakan metoda metalurgi serbuk dengan melibatkan dua serbuk penyusun. Aktivasi mekanik berakibat pada distribusi ukuran heterogen yang akan mempengaruhi sifat material serta mekanisme pembentukan fasa suatu material. Proses tersebut menghasilkan perubahan ukuran butir dan ukuran kristal, sehingga homogenitas material menjadi lebih baik dan mengurangi terjadi porositas (Avner dan Sidney, 1982).

Parameter waktu sangat berpengaruh dalam proses *milling*. Waktu *milling* yang semakin lama akan mempengaruhi struktur sampel dalam bentuk penurunan puncak XRD, perubahan morfologi partikel dan ukuran partikel. Berikut ini proses yang terjadi setiap waktu *milling* diperlihatkan pada Gambar 14.



Gambar 14. Proses *Milling* (Suryanarayana, 2001)

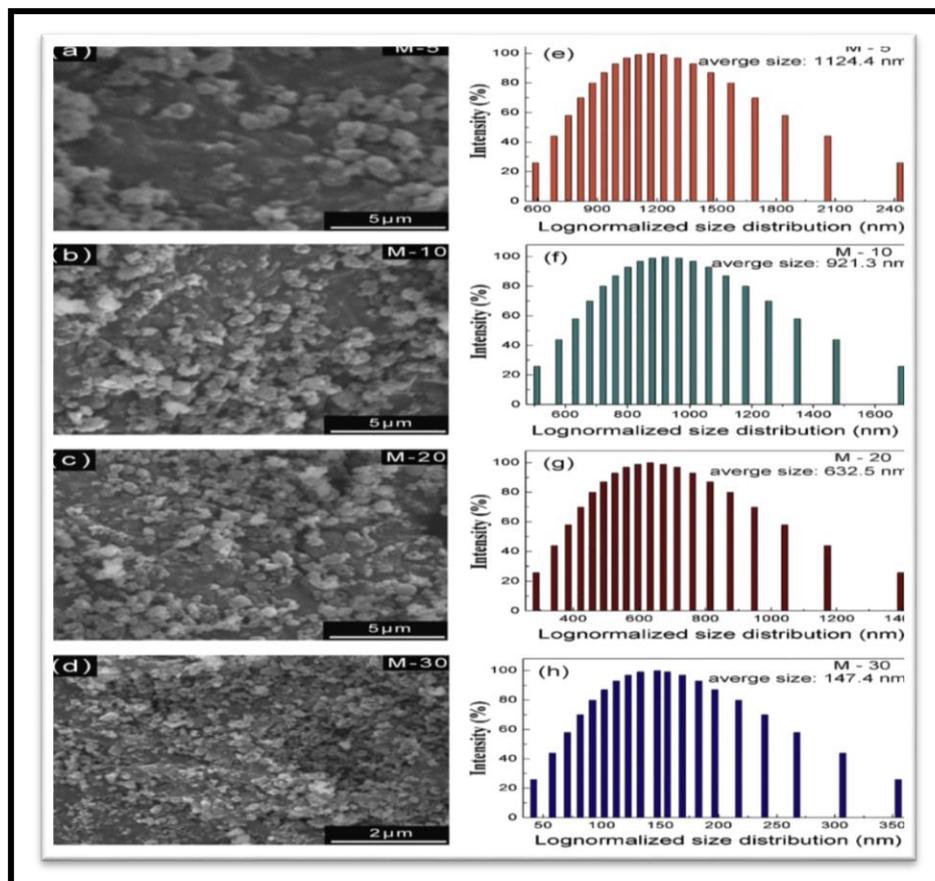
Gambar 14 menggambarkan proses yang terjadi selama *milling*. Ukuran partikel akan meningkat pada waktu tertentu karena akibat *milling* partikel mengalami *agglomeration* dan *cold welding* karena proses awal dari sampel akan mengalami proses pematangan-pematangan partikel sampai berukuran kecil dan terjadi kompresi sehingga sampel menjadi gumpalan-gumpalan menjadi satu kembali sampel kemudian terjadi patahan-patahan kembali pada waktu yang lebih lama dan ukuran kristal menjadi kecil kembali hal ini disebabkan gaya *impact*, gaya atrisi, gaya gesekan, dan gaya kompresi pada proses *milling* (Krisnawan, 2009). Berikut ini ilustrasi hasil setiap proses waktu *milling* diperlihatkan pada Gambar 15.



Gambar 15. Ilustrasi yang terjadi setiap bertambah lamanya waktu *Milling*.

(a) 5 jam, (b) 10 jam, (c) 20 jam, dan (d) 30 jam (Krisnawan, 2009).

Cheng (2011) dalam penelitiannya memvariasikan waktu *milling forsterite* selama 5 jam, 10 jam, 20 jam dan 30 jam, dengan variasi temperatur 850 °C - 1100 °C. Penelitian ini menemukan bahwa *powder* yang telah dipanaskan di atas 850 °C dengan peningkatan waktu *milling* selama 5 jam - 30 jam, rata-rata ukuran partikel berkurang menjadi 147,4 nm. Ukuran partikel menurun selama peningkatan waktu *milling*. Hal ini terlihat pada Gambar 16 hasil SEM yang terlihat partikel nano *forsterite* sesuai dengan lamanya waktu *milling*.

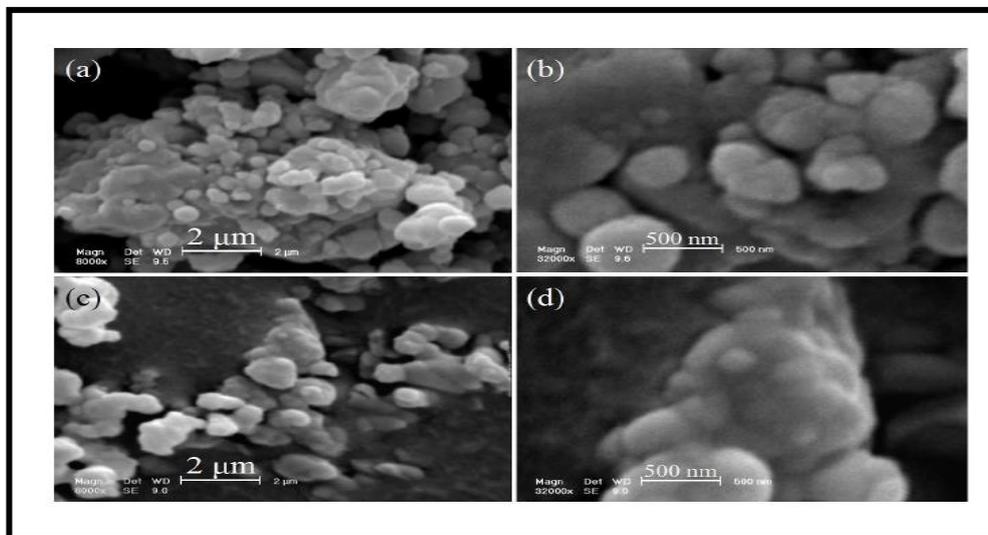


Gambar 16. Hasil SEM dan Perbandingan Ukuran Partikel terhadap Intensitas dengan Variasi Waktu *Milling* (Cheng, 2011).

Gambar 16 merupakan perbedaan hasil ukuran partikel nano *forsterite* yang *dimilling* dengan waktu yang berbeda. Ukuran partikel dengan waktu *milling* 30 jam lebih kecil dari ukuran partikel yang di *milling* selama 5 jam. Ukuran butir yang didapatkan saat proses *milling* selama 30 jam yaitu 147,4 nm. Semakin lama *milling* yang dilakukan terhadap *forsterite* maka semakin kecil ukuran butir kristal yang dihasilkan. Berkurangnya ukuran butir nano *forsterite* ini disebabkan karena aktivasi yang dilakukan oleh tumbukan antara bola-bola *ball mill*. HEM terhadap *powder forsterite* menyebabkan regangan kisi dalam *powder forsterite* tersebut,

sehingga *grain size* dalam serbuk *forsterite* semakin kecil seiring lamanya proses *milling*. Mengecilnya ukuran partikel serbuk *forsterite* ini disebabkan karena adanya tumbukan antara bola-bola *milling* dan serbuk *forsterite* serta tumbukan serbuk *forsterite* kedinding *vial*, sehingga terjadilah proses penghancuran serbuk *forsterite* berukuran yang lebih kecil. Hal ini membuktikan bahwa proses *milling* yang dilakukan terhadap serbuk *forsterite* dapat menimbulkan penghancuran butiran-butiran dalam serbuk *forsterite*. Ukuran partikel yang *dimilling* selama 30 jam akan lebih homogen dibandingkan dengan ukuran partikel yang *dimilling* selama 5 jam, karena selama terjadinya *milling* partikel akan beraglomerasi dengan partikel sekitarnya.

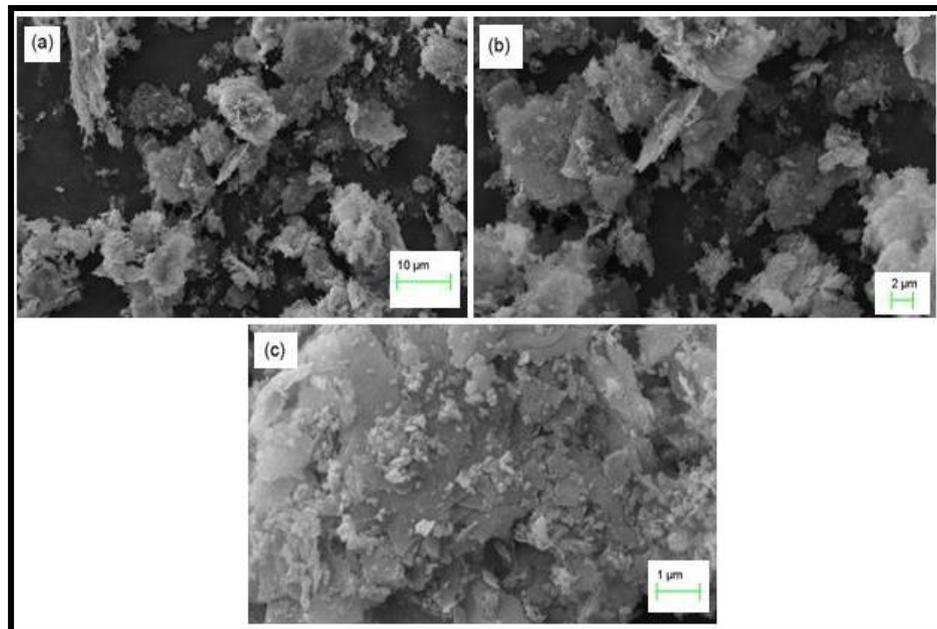
Tavangarian dan Emadi (2009) dalam penelitiannya melakukan aktivasi mekanik terhadap *forsterite* sehingga menghasilkan *nano forsterite* dengan variasi waktu *milling* 5 menit, 1 jam, 5 jam, 10 jam, 20 jam, dan 40 jam dengan suhu pemanasan 1000 °C - 1200 °C selama 1 jam. Rasio antara bola-bola penggilingan dengan powder yaitu 10 : 1 dan kecepatan rotasinya 500 rpm. Hasil waktu penggilingan maksimum 40 jam dengan suhu pemanasan 1000 °C. Hal ini terlihat pada Gambar 17.



Gambar 17. Hasil SEM yang telah dilakukan aktivasi mekanik selama 40 jam pada gambar (a) dan (b) dengan suhu pemanasan 1000 °C dan pada (c) dan (d) dengan suhu pemanasan 1200 °C (Tavangarian dan Emadi, 2009).

Gambar 17 terlihat perbedaan hasil SEM yang mana pada gambar (a) dan (b) merupakan hasil terbentuknya nano *forsterite* setelah dilakukan aktivasi mekanik selama 40 jam dengan suhu pemanasan 1000 °C didapatkan ukuran butirnya 0,1 μm , sedangkan dengan suhu pemanasan 1200 °C didapatkan ukuran butirnya 2 μm . Hal ini terlihat dengan suhu pemanasan 1200 °C ukuran butir partikel akan semakin besar karena dengan suhu tersebut partikel tersebut akan *beraglomerasi* sehingga terbentuk partikel yang besar dari sebelumnya.

Yoke (2015) juga melakukan penelitian tentang pengaruh waktu *milling* terhadap nanopartikel *forsterite*. Hasil penelitiannya yaitu waktu *milling* maksimum yang digunakan selama 10 jam dengan *holding time* 1 jam dan 2 jam dengan *ramping rate* 10 °C/min. Berikut ini merupakan hasil morfologi dengan pengamatan menggunakan SEM terlihat pada Gambar 18.



Gambar 18. Hasil pengamatan morfologi dengan SEM serbuk *nanokristalline forsterite* yang telah di *milling* selama 10 jam dengan suhu *annealing* 1200 °C selama 2 jam dengan *ramping rate* 10 °C/min (Yoke, 2015).

Gambar 18 terlihat hasil pengamatan morfologi nano *forsterite* yang telah dilakukan aktivasi mekanik selama 10 jam dengan suhu pemanasan 1200°C selama 2 jam dengan *ramping rate* 10 °C /min. Ukuran partikel nano *forsterite* menurun selama terjadinya peningkatan waktu *milling*. Bola-bola yang digunakan pada *high energy ball milling* untuk mereduksi ukuran partikel dan juga dibantu dengan waktu penahanan yang digunakan berpengaruh terhadap ukuran kristal, yaitu perbedaan ukuran butir terlihat tidak *significant* sehingga terlihat tidak homogen.

G. *High Energy Milling Ellipse 3D (HEM-E 3D)*

High Energy milling merupakan salah satu alat yang digunakan untuk paduan mekanik yang menggunakan bola keras, biasanya terbuat dari baja. *High Energy milling* akan memvibrasi sampel dengan guncangan oleh mesin karena *milling* digunakan untuk tumbukan energi kinetik pada sampel. Kecepatan dari media menyebabkan terbentuk jumlah energi yang tinggi untuk tumbukan dengan sampel. Berbagai kombinasi dari media *milling* digunakan pada *high energy milling*. Rasio bola dengan bubuk, atau BPR (*Ball Powder Ratio*), biasanya juga digunakan untuk merubah parameter *milling* (Decastro, 2002).

High energy milling sangat bagus digunakan untuk mereduksi ukuran partikel dan studi dari perubahan kimia dan fisika. Sifat dari reduksi ukuran partikel dan pertumbuhan selanjutnya sama dengan analisis oksida. Beberapa bahan menunjukkan transformasi fasa sementara lainnya menunjukkan terjadi reaksi kimia, yang tidak terjadi dengan bahan awal mikrokristalin (Indris dkk, 2000). Salah satu jenis *high energy milling* yang digunakan untuk menjadikan bahan nanopartikel yaitu *high energy milling ellipse 3D (HEM-E3D)*.

HEM-E3D adalah mesin untuk menghasilkan nanopartikel yang didesain dan dikembangkan para pakar nanoteknologi Indonesia melalui berbagai inovasi, test dan pengalaman. Desain *high energy ball mill* yang bergerak *ellips* secara tiga dimensi dapat meningkatkan kinerjanya menjadi lebih efisien. *High energy ball mill* ini memiliki pola gerakan *ellips* tiga dimensi yang mengoptimalkan tumpukan bola-bola dalam jar sehingga meningkatkan efektifitas penghancuran

dan mempersingkat waktu *milling*. Sesuai untuk pembuatan fungsional nanomaterial dalam waktu relatif singkat.

HEM-E3D dapat memproses berbagai jenis material alam, antara lain : *hard brittle*, obat-obatan, kosmetik, dan lain-lain. Konfigurasi standar *HEM-E3D* terdiri dari motor, wadah tabung (jar), system mekanik 3D, *timer* otomatis, rangka besi dengan peredam suara (Nanotech Indonesia, 2014).

HEM-E3D adalah mesin untuk menghasilkan nanopartikel yang didesain dan dikembangkan para pakar nanoteknologi Indonesia melalui berbagai inovasi, test dan pengalaman. Desain *high energy ball mill* yang bergerak *ellips* secara tiga dimensi dapat meningkatkan kinerjanya menjadi lebih efisien. *High energy ball mill* ini memiliki pola gerakan *ellips* tiga dimensi yang mengoptimalkan tumpukan bola-bola dalam jar sehingga meningkatkan efektifitas penghancuran dan mempersingkat waktu *milling*. Sesuai untuk pembuatan fungsional nanomaterial dalam waktu relatif singkat.



Gambar 19. *High Energy Milling Ellipse 3D (HEM-E 3D)*

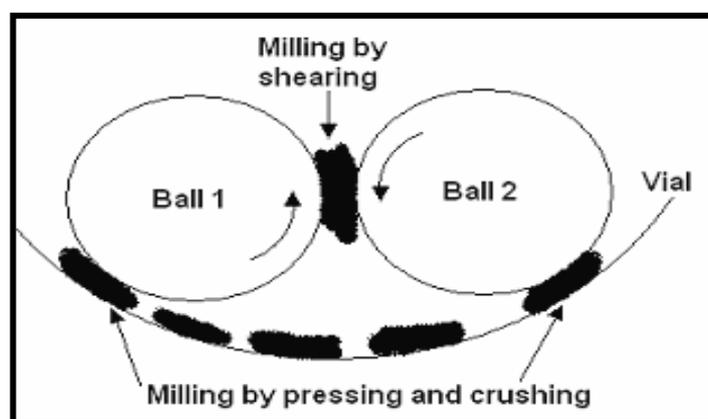
(Sumber : Indris dkk, 2000)

Tabel 4. Spesifikasi alat High Energy Milling Ellipse 3D

Spesifikasi	Nilai
Dimensi	75 cm x 60 cm x 40 cm
Berat	63 kg tanpa wadah penggiling
Sumber daya	380 volt
Kecepatan motor	500 rpm

(Sumber : Nanotech Indonesia, 2014)

Milling dengan *ball mill* digunakan untuk penghancuran bubuk menjadi nanopartikel, karena terjadi penggerusan bubuk yang terdapat di permukaan bola pada saat berbenturan dengan bola lain sehingga besar impak yang diberikan oleh bola adalah sebesar gaya benturan persatuan luas permukaan bola yang bertumbukan. Interaksi antara bola-bola yang ada di dalam *chamber* terlihat pada Gambar 20.



Gambar 20. Interaksi antara Bola-Bola Penggiling pada *High Energy Ball* (Calka dan Nikolov, 1995).

Gambar 20 terlihat interaksi antara bola-bola yang ada di dalam *chamber*. Bola yang luas area benturannya semakin kecil, akan memberikan impak yang semakin besar, sehingga kemampuan penghancuran menguat dengan pengecilan

area sentuhan. Oleh karena itu, bubuk nanopartikel lebih mudah dibentuk dengan menggunakan bola-bola yang lebih kecil. Disamping itu, frekuensi benturan merupakan faktor pemercepat penghancuran.

Menurut Sopicka (2010) variabel penting yang mempengaruhi hasil dalam proses *milling* adalah sebagai berikut :

1. Tipe Peralatan *Milling*

Macam-macam peralatan *milling* berbeda dalam kapasitas, kecepatan, operasi atau penggunaannya, dan kemampuan pengendalian operasi seperti kondisi *milling* untuk meminimalkan kontaminasi pada bubuk yang *dimilling*. Beberapa tipe yang dikenal adalah *Shaker Mill*, *Planetary Ball Mill*, *Attritor Mill*, *Tumbler Mill*, *Vibration Mill*, dan *Roller Mill*.

2. Wadah *Miling*

Wadah *milling* merupakan media berlangsungnya proses *milling* dan sering disebut juga dengan *vessel*, *vial* atau jar. Bahan dasar dari *vial* ini sangat penting dikarenakan akibat dari impact bola penghancur ke dinding bagian dalam *vial* dapat menyebabkan terkikis atau lepas dan bercampur dengan bubuk. Hal ini dapat mengkontaminasi bubuk dan mengubah sifat kimia. Selain bahan, desain *vial* juga sangat penting untuk daerah mati yaitu dimana bubuk tidak tergerus akibat bola-bola tidak dapat mencapai daerah tersebut.

3. Kecepatan *Milling*

Secara sederhana peningkatan kecepatan rotasi *milling* akan meningkatkan input energi terhadap bubuk. Kecepatan juga mempengaruhi temperatur media *milling*. Peningkatan temperatur ini dapat menguntungkan ketika difusi dibutuhkan untuk menghasilkan *homogenesis* dan pemaduan bubuk. Kerugiannya adalah gesekan atau tumbukan berlebih dari peralatan *milling* yang membawa kontaminasi.

4. Media Penggilingan

Media penggilingan adalah bola-bola *milling* yang digunakan untuk menghaluskan bubuk. Variabel penting untuk media penggilingan adalah massa jenis, bahan dan ukuran. Massa jenis dari bola-bola sebaiknya cukup tinggi untuk menghasilkan gaya impak yang dapat menghaluskan bubuk.

5. Ruang Kosong *Vial*

Ruang kosong *vial* sangat dibutuhkan untuk memudahkan pergerakan bola dan bubuk serta interaksi perpindahan energi antara keduanya.

6. Rasio Perbandingan Bubuk dengan Bola-Bola

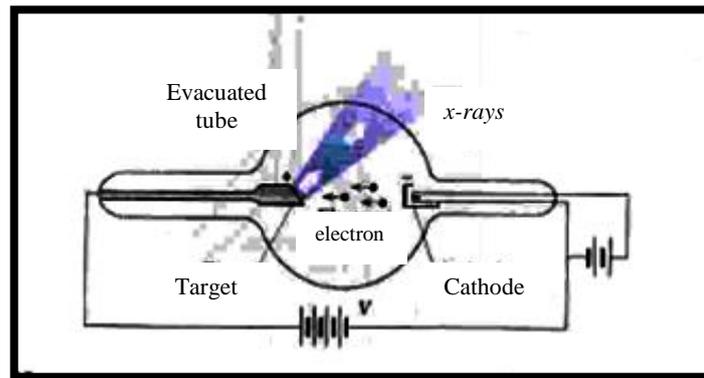
Rasio perbandingan bubuk dengan bola-bola merupakan suatu variabel yang penting dari proses *milling*. Hal ini memiliki variasi-variasi yang berbeda tergantung penggunaannya seperti 1 : 1 hingga 210 : 1. Secara umum perbandingan 10 : 1 adalah yang paling umum digunakan untuk proses *milling* dengan kapasitas penggilingan yang kecil seperti *SPEX Mill*.

H. *X-Ray Diffraction (XRD)*

1. Sinar X

Rosana (2003) dalam buku yang berjudul Konsep Dasar Fisika Modern mendefinisikan sinar-x adalah gelombang elektromagnetik dengan panjang gelombang yang sangat pendek, sekitar 1 angstrom. Beiser (1987) dalam buku Konsep Fisika Modern menyebutkan bahwa sinar-x adalah gelombang elektromagnetik frekuensi tinggi yang dapat diukur melalui metode difraksi.

Sinar-x ditemukan oleh W.C Roentgen pada Tahun 1895. Roentgen menghasilkan penemuan yang sangat vital dalam perkembangan sains modern. Roentgen menemukan sejenis radiasi yang keluar dari sebuah tabung muatan (*discharge tube*), karena misteriusnya diberi nama sinar-x. Skema tabung sinar-x pertama diperlihatkan pada Gambar 21. Sinar-x pada tabung muatan ini terbentuk dengan cara pemberian beda tegangan pada elektroda - elektroda yang menghasilkan sinar elektron yang ditumbukkan ke bahan tertentu (pada masa itu dinamakan anti katoda). Anti katoda menjadi sumber yang pada saat itu belum diketahui mekanisme sebab pembentukannya. Suatu garam barium yang dekat dengan tabung itu ternyata berfosforisensi. Roentgen berkesimpulan bahwa penyebab fosforisensi itu adalah suatu sinar tak tampak yang dipancarkan oleh anoda tabung Geiger. Sifat-sifat sinar tak tampak inilah yang kemudian dinamakan sinar-x, atau disebut dengan sinar roentgen (Mukhlis, 2005).

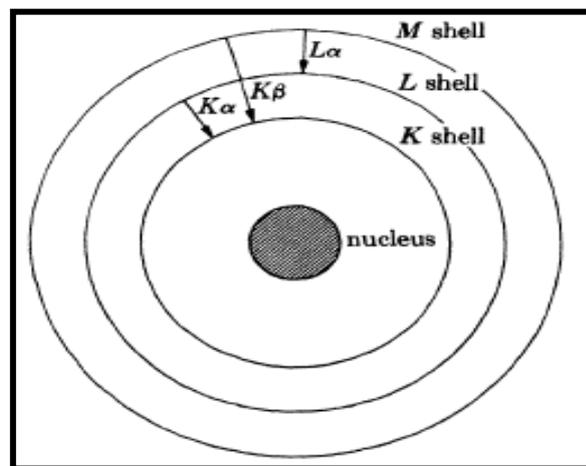


Gambar 21. Diagram Tabung Sinar-X (Beiser,1987)

Gambar 21 merupakan diagram tabung sinar x. Sebuah katoda yang dipanasi oleh filamen berdekatan yang dilalui arus listrik menyediakan elektron terus-menerus dengan emisi termionik. Perbedaan potensial yang tinggi dipertahankan antara katoda dengan logam target, akibatnya elektron dipercepat ke arah target tersebut. Elektron yang bergerak dengan kecepatan tinggi tiba-tiba terhenti karena menubruk logam target, sehingga dihasilkan sinar x. Sinar-x yang terjadi karena proses pengereman diatas disebut juga “*Bremsstrahlung*”.

Sinar x dibagi menjadi 2 berdasarkan proses terjadinya yaitu sinar x karakteristik dan sinar x bremsstrahlung. Sinar-x Karakteristik berdasarkan proses terjadinya, sinar-x karakteristik melalui proses perpindahan elektron atom dari tingkat energy yang lebih tinggi menuju ke tingkat energi yang lebih rendah untuk mengisi hole sehingga memancarkan sinar-x. Setiap jenis atom memiliki tingkat-tingkat energi elektron yang berbeda-beda sehingga disebut sinar-x karakteristik. Spektrum energi dari sinar-x karakteristik adalah diskrit (Mukhlis, 2005). Sinar-x *Bremsstrahlung* berdasarkan proses terjadinya terjadi jika elektron bergerak

dengan kecepatan tinggi melintas dekat inti suatu atom sehingga menyebabkan elektron membelok dengan tajam. Elektron membelok karena gaya tarik elektrostatik inti atom yang kuat. Oleh karena itu, elektron kehilangan energinya dengan memancarkan Sinar-x Bremsstrahlung. Sinar-x Bremsstrahlung mempunyai spektrum energi kontinu yang lebar (Mukhlis, 2005).



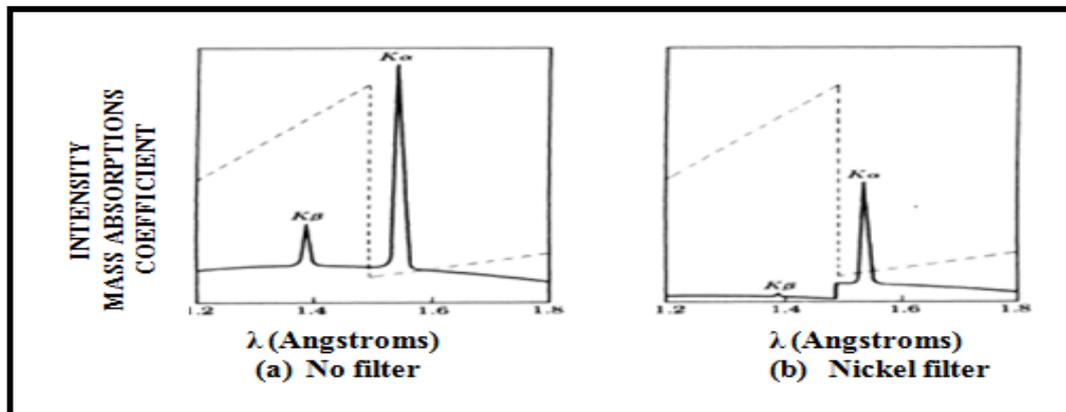
Gambar 22. Transisi elektron (Cullity, 1956)

Gambar 22 menampilkan apabila elektron berpindah dari kulit L ke kulit K maka radiasi emisi yang dihasilkan disebut radiasi $K\alpha$ sedangkan bila elektron mengalami perpindahan dari kulit M ke kulit K maka radiasi emisi yang dihasilkan disebut radiasi $K\beta$.

Pada penggunaannya sinar-x yang diperlukan adalah sinar-x monokromatik, namun kenyataannya eksitasi $K\alpha$ dan $K\beta$ muncul bersama-sama. Ketika sinar-x mengenai suatu bahan maka sinar-x tersebut mengalami transmisi dan ada yang mengalami absorpsi sesuai dengan Persamaan 2:

$$I_x = I_0 e^{-\mu x} \quad (2)$$

Dimana I_0 adalah intensitas awal sinar-x, I_x adalah intensitas transmisi sinar-x setelah melewati bahan dengan ketebalan x , μ adalah koefisien absorpsi linear yang bergantung pada panjang gelombang sinar-x dan jenis material pengabsorpsi. Radiasi yang keluar dari pembangkit sinar-x diperlihatkan pada Gambar 23.



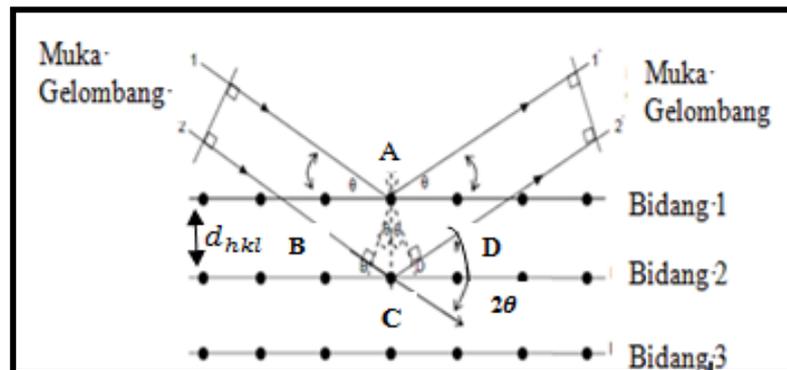
Gambar 23. Perbandingan Radiasi Cu dengan Filter dan tanpa Filter (Cullity,1956).

Gambar 23 memperlihatkan radiasi yang keluar dari pembangkit sinar x, tidak hanya radiasi $K\alpha$ yang kuat tetapi juga ada radiasi $K\beta$ yang lemah dan sepektrum kontinu. Padahal dalam penggunaan sinar-x yang diperlukan adalah sinar-x yang monokromatik atau hanya memiliki satu panjang gelombang saja, untuk itu maka diperlukanlah filter. Filter digunakan untuk mengabsorpsi radiasi $K\beta$ yang lemah dan radiasi $K\alpha$ yang cukup kuat akan diteruskan sehingga hasil yang keluar sinar-x menjadi monokromatik

a. Difraksi Sinar-x

Difraksi sinar-x oleh sebuah material terjadi akibat dua fenomena: pertama hamburan oleh tiap atom dan kedua Interferensi gelombang–gelombang oleh tiap atom–atom tersebut. Interferensi ini terjadi karena gelombang-gelombang yang dihamburkan oleh atom memiliki koherensi dengan gelombang datang dan demikian pula dengan mereka sendiri (Pratapa, 2004). Apabila suatu bahan dikenai sinar-x maka intensitas sinar-x yang ditransmisikan lebih kecil dari intensitas sinar datang. Hal ini disebabkan adanya penyerapan oleh bahan dan juga penghamburan oleh atom-atom dalam material tersebut. Berkas sinar yang dihantarkan tersebut ada yang saling menghilangkan karena fasenya berbeda dan ada juga yang saling menguatkan karena fasenya sama.

Berkas sinar-x yang saling menguatkan disebut sebagai berkas difraksi. Persyaratan yang harus dipenuhi agar berkas sinar-x yang dihamburkan merupakan berkas difraksi yang dikenal sebagai Hukum Bragg. Menurut Bragg berkas yang terdifraksi oleh kristal terjadi jika pemantulan oleh bidang sejajar atom menghasilkan interferensi konstruktif. Pemantulan sinar-x oleh sekelompok bidang paralel dalam kristal merupakan gambaran dari difraksi atom-atom kristal. Difraksi oleh atom-atom kristal merupakan pantulan sinar-x oleh sekelompok bidang-bidang paralel dalam kristal seperti terlihat pada Gambar 24. Arah difraksi sangat ditentukan oleh geometri kisi, yang bergantung pada orientasi dan jarak antar bidang kristal.



Gambar 24. Diffraksi *Bragg* (Cullity, 1956)

Gambar 24 menunjukkan seberkas sinar mengenai atom A pada bidang pertama dan C pada bidang berikutnya. Jarak antara bidang A dengan bidang C adalah d . Berkas-berkas tersebut mempunyai panjang gelombang λ , dan jatuh pada bidang kristal dengan jarak d dan sudut θ . Agar mengalami interferensi konstruktif, kedua berkas tersebut harus memiliki beda jarak $n\lambda$. Sedangkan beda jarak lintasan kedua berkas adalah $2d \sin \theta$. Interferensi konstruktif terjadi jika beda jalan sinar adalah kelipatan bulat panjang gelombang λ , sehingga dapat dinyatakan dengan Persamaan 3.

$$n\lambda = 2d_{hkl} \sin \theta \quad (3)$$

Pernyataan ini adalah hukum *Bragg*. Pemantulan *Bragg* dapat terjadi jika $\leq 2d$, karena itu tidak dapat menggunakan cahaya kasat mata, dengan n adalah bilangan bulat = 1,2,3, Arah berkas yang dipantulkan oleh atom dalam kristal ditentukan oleh geometri dari kisi kristal yang bergantung pada orientasi dan jarak bidang kristal. Suatu kristal yang memiliki simetri kubik ($a = b = c$, $\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$) dengan ukuran parameter kisi, $a = b = c$, maka sudut-sudut berkas yang

didifraksikan dari bidang-bidang kristal (hkl) dapat dihitung dengan rumus jarak antar bidang sebagai berikut:

$$\frac{1}{d^2} = \frac{h^2+k^2+l^2}{a^2} \quad (4)$$

Melalui penerapan hukum Bragg dari Persamaan (3) dan mensubstitusikan ke Persamaan (4), sehingga diperoleh persamaan:

$$\frac{4\sin^2\theta}{\lambda^2} = \left(\frac{h^2+k^2+l^2}{a^2} \right) \quad (5)$$

$$\sin^2\theta = \frac{\lambda^2}{4a^2} (h^2 + k^2 + l^2) \quad (6)$$

a , b , dan c adalah parameter kisi dan $h k l$ adalah indeks untuk menyatakan arah bidang kristal (indeks miller). Dari Persamaan (6), parameter kisi dan kristal dapat ditentukan. Untuk menentukan parameter kisi $a = b = c$, akan diperoleh persamaan :

$$\sin^2\theta \cdot 4a^2 = \lambda^2 (h^2 + k^2 + l^2) \quad (7)$$

$$a = \frac{\lambda^2}{\sin^2\theta} \sqrt{\left(\frac{h^2+k^2+l^2}{4} \right)} \quad (8)$$

Struktur kristal ditentukan dengan difraksi sinar-X. Jarak interplanar dapat dihitung hingga empat atau lebih angka signifikan dengan mengukur sudut difraksi. Ini merupakan dasar untuk menentukan jarak inter atomik dan menghitung jari-jari (Vlack, 2004). Penentuan orientasi kristal dilakukan dengan mengamati pola berkas difraksi sinar-X yang dipantulkan oleh kristal. Untuk XRD, pola difraksi diamati sebagai fungsi sudut 2θ . Pola difraksi yang terjadi kemudian dibandingkan dengan JCPDS sebagai data standar.

Menentukan Jarak antar bidang-bidang kristal (hkl) pada ke tujuh kisi Bravais jika teridentifikasi sistem kristal pada bahan maka dapat menggunakan persamaan persamaan sebagai berikut (Cullity, 1956).

1) Kubik

$$\frac{1}{d^2} = \frac{h^2+k^2+l^2}{a^2} \quad (9)$$

2) Rombohedral

$$\frac{1}{d^2} = \frac{(h^2+k^2+l^2)\sin^2\alpha+2(hk+kl+hl)(\cos^2\alpha)}{a^2(1-3\cos^2\alpha+2\cos^3\alpha)} \quad (10)$$

3) Tetragonal

$$\frac{1}{d^2} = \frac{h^2+k^2}{a^2} + \frac{l^2}{c^2} \quad (11)$$

4) Orthorombik

$$\frac{1}{d^2} = \frac{h^2}{a^2} + \frac{k^2}{b^2} + \frac{l^2}{c^2} \quad (12)$$

5) Monoklinik

$$\frac{1}{d^2} = \frac{1}{\sin^2\beta} \left(\frac{h^2}{a^2} + \frac{k^2\sin^2\beta}{b^2} + \frac{l^2}{c^2} - \frac{2hl\cos\beta}{ac} \right) \quad (13)$$

6) Heksagonal

$$\frac{1}{d^2} = \frac{4}{3} \left(\frac{h^2+hk+l^2}{a^2} \right) + \frac{l^2}{c^2} \quad (14)$$

7) Trikinik

$$\frac{1}{d^2} = \frac{1}{v^2} (S_{11}h^2 + S_{22}k^2 + S_{33}l^2 + 2S_{12}hk + 2S_{23}kl + 2S_{13}hl) \quad (15)$$

dengan V = volume satuan sel

$$S_{11}=b^2c^2\sin^2\alpha \quad S_{12}=abc^2(\cos\alpha\cos\beta - \cos\gamma)$$

$$S_{22}=a^2c^2\sin^2\beta \quad S_{23}= a^2 bc (\cos \beta \cos \gamma - \cos \alpha)$$

$$S_{33}=a^2b^2\sin^2 \gamma \quad S_{12}= ab^2c (\cos \gamma \cos \alpha - \cos \beta)$$

b. Faktor Struktur

Faktor struktur digunakan untuk menentukan intensitas hamburan oleh struktur atom tertentu. Faktor struktur yang merupakan penjumlahan dari gelombang yang terhambur oleh individu-individu partikel. Dapat dituliskan pada persamaan 17:

$$F_{hkl} = \sum_1^N f_n e^{2\pi i (hu + kv + lw)} \quad (17)$$

Keterangan:

f : faktor hamburan

F: faktor struktur

N: Jumlah gelombang terhambur

h, k, l : bidang kristal

u, v, w : koordinat atom

Faktor struktur menentukan intensitas yang muncul pada difraktogram yang berperan penting dalam menentukan karakteristik dari kisi kristal. Dimana intensitas yang muncul sebanding dengan faktor struktu. Hal ini sesuai dengan persamaan 18.

$$I = |f|^2 p \left(\frac{1 + \cos^2 2\theta}{\sin^2 \theta \cos \theta} \right) \quad (18)$$

Dimana I adalah intensitas, f adalah faktor struktur, p adalah faktor multiplisitas dan θ adalah sudut *bragg* (Cullity, 1956).

Masing-masing kisi kristal memiliki faktor struktur yang berbeda-beda.

Seperti halnya :

1) Sempel kubik

Sempel kubik merupakan jenis sel yang mempunyai atom-atom yang berada dibagian pojok-pojoknya saja. Dengan kata lain memiliki fraksi koordinat 0 0 0. Sehingga faktor struktur dari sempel kubik dapat diperlihatkan pada persamaan 19.

$$F = fe^{2\pi i(0)} = f \quad (19)$$

$$F^2 = f^2$$

Artinya intensitas selalu muncul pada sembarang nilai hkl

2) Kubik berpusat badan

Sel ini mempunyai dua atom yang sejenis berada pada 0 0 0 dan $\frac{1}{2} \frac{1}{2} \frac{1}{2}$.

Memiliki faktor seperti pada persamaan 20:

$$F = fe^{2\pi i(0)} + fe^{2\pi i(\frac{h}{2} + \frac{k}{2} + \frac{l}{2})} = f[1 + fe^{\pi i(h+k+l)}] \quad (20)$$

Ketika $(h+k+l)$ genap maka $F=2f$ dan $F^2 = 4f^2$

Ketika $(h+k+l)$ ganjil maka $F=0$ dan $F^2 = 4f^2$

Artinya Intensitas muncul jika nilai $h+k+l$ bilangan ganjil, dan intensitas tidak muncul ketika nilai $h+k+l$ bilangan genap.

3) Kubik berpusat muka

Sel ini berisi empat atom sejenis berada pada 000, $\frac{1}{2} \frac{1}{2} 0$, $\frac{1}{2} 0 \frac{1}{2}$, dan $0 \frac{1}{2} \frac{1}{2}$.

Sehingga faktor strukturnya:

$$F = fe^{2\pi i(0)} + fe^{2\pi i(\frac{h}{2} + \frac{k}{2})} + fe^{2\pi i(\frac{h}{2} + \frac{l}{2})} + fe^{2\pi i(\frac{k}{2} + \frac{l}{2})} \quad (21)$$

$$F = 1 + fe^{\pi i(h+k)} + fe^{\pi i(h+l)} + fe^{\pi i(k+l)}$$

Jika h , k , dan l sama, maka ada tiga kesimpulan $(h + k)$, $(h + l)$ dan $(k+l)$ merupakan bilangan bulat genap dan setiap syarat pada persamaan di atas bernilai

1. Maka,

$$F=4f \quad (22)$$

$$F^2=16f^2$$

Jika h , k , dan l tidak sama, maka jumlah dari tiga eksponensial adalah -1 , baik dua dari indeks gasal dan satu genap atau dua genap dan satu gasal. Sebagai contoh h dan l genap dan k gasal, maka,

$$F=0 \quad (23)$$

$$F^2=0$$

Artinya Intensitas muncul jika $h+k+l$ semua gasal atau semua genap, dan intensitas tidak muncul ketika $h+k+l$ campuran antara gasal dan genap.

c. Ukuran kristal

Ukuran kristal (D) dinyatakan dalam Persamaan *Scherrer* berikut (Abdullah, 2009).

$$D = K \frac{\lambda}{B \cos(\theta_B)} \quad (24)$$

dengan D adalah ukuran (diameter) kristalin, λ (lamda) adalah panjang gelombang pada 1.54 \AA , θ_B adalah sudut Bragg, B adalah FWHM satu puncak yang dipilih, dan K adalah konstanta material yang nilainya kurang dari satu. Nilai yang umumnya dipakai untuk $K \approx 0,9$.

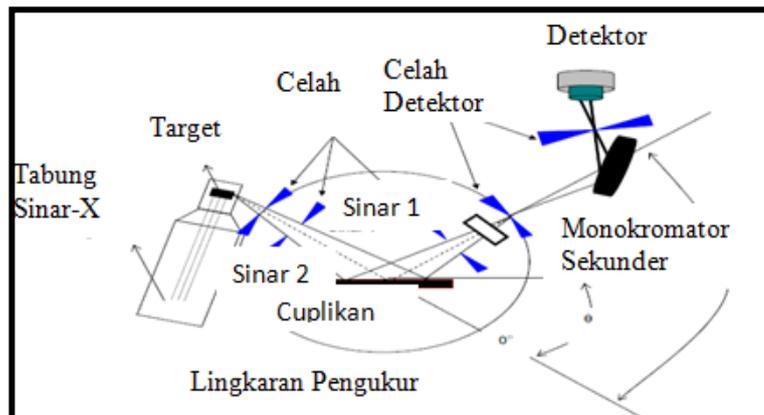
Bentuk lain lebih umum lagi adalah menggunakan parameter B bukan sebagai FWHM dari puncak difraksi, tetapi menggunakan B dari persamaan Warren, pada persamaan 25

$$B = \sqrt{FWHM_{sp}^2 - FWHM_{st}^2} \quad (25)$$

dengan $FWHM_{sp}$ adalah lebar puncak difraksi sampel pada setengah maksimum dan $FWHM_{st}$ adalah lebar puncak difraksi Kristal yang sangat besar yang lokasi puncaknya berada di sekitar lokasi puncak sampel yang akan dihitung. Tetapi, umumnya $FWHM_{st}$ sangat kecil sehingga persamaan (25) dapat dianggap sebagai aproksimasi yang cukup baik (Abdullah, 2009).

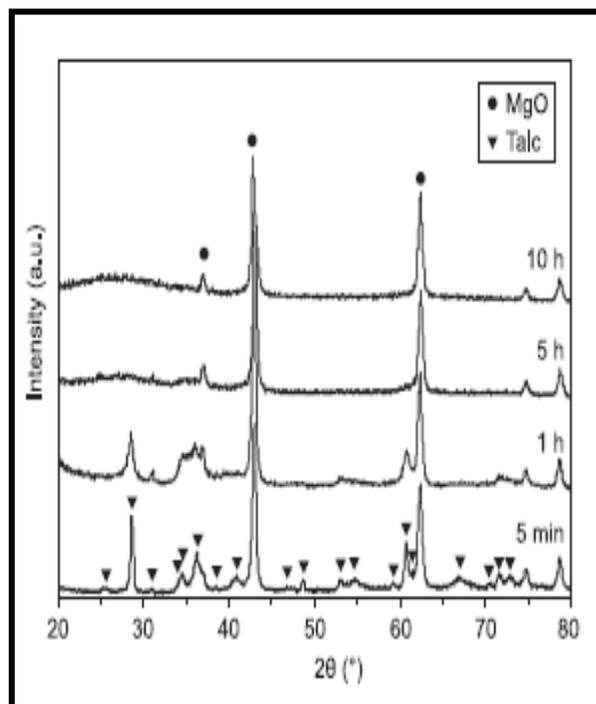
d. Metoda X-Ray Diffractometer

X-Ray Diffractometer digunakan untuk menentukan karakteristik ditinjau dari struktur dan ukuran kristal pada suatu sampel. Tiga komponen dasar pada x-ray *diffractometer* yaitu sinar-x, tempat sampel, dan detektor yang terletak pada satu lingkaran yang sejajar dengan lingkaran fokus. Secara umum x-ray diffraction terdiri dari tiga bagian utama yaitu tabng sinar-x, tempat objek, dan detektor sinar-x (Cullity, 1956). Skema pada *X-Ray Diffractometer* dapat diperlihatkan pada Gambar 25.



Gambar 25. Skema bagian-bagian XRD (Cullity, 1956)

Gambar 25 merupakan skema bagian-bagian dari XRD. Prinsip kerja XRD diawali oleh elektron dengan kecepatan tinggi yang dibangkitkan dengan beda potensial, dimana tegangan tersebut terjadi antara katoda dan anoda yang menumpuk cuplikan sehingga akan muncul sinar-x. Objek dan detektor berputar untuk menangkap dan merekam intensitas refleksi sinar-x dan mengolahnya dalam bentuk grafik yang dinamakan difraktogram (Cullity, 1956). Difraktogram menyatakan hubungan antara sudut difraksi dengan intensitas yang diperlihatkan pada Gambar 26.



Gambar 26. Difraktogram Hasil Analisis XRD (Tavangarian, 2010)

Gambar 26 merupakan pola difraktogram yang dihasilkan berupa deretan puncak-puncak difraksi dengan intensitas relatif bervariasi sepanjang nilai 2θ tertentu. Besarnya intensitas relatif dari deretan puncak-puncak tersebut bergantung pada jumlah atom atau ion yang ada, dan distribusinya dalam sel satuan tersebut. Pola difraksi setiap padatan kristalin sangat khas, yang bergantung pada kisi kristal, unit parameter dan panjang gelombang sinar-x yang digunakan. Dengan demikian, sangat kecil kemungkinan dihasilkan pola difraksi yang sama untuk suatu padatan kristalin yang berbeda (Istiyono, 2000).

I. *Scanning Electron Microscope (SEM)*

Konsep awal yang melibatkan teori SEM pertama kali diperkenalkan di Jerman (1935) oleh M. Knoll. Konsep standar SEM modern dibangun oleh Van

Ardenne pada tahun 1938 yang ditambahkan scan kumparan ke mikroskop electron (Handayani, 2007).

SEM adalah instrument yang sangat handal dalam melihat struktur permukaan material ataupun bahan dalam ukuran mikro. SEM menggunakan hamburan elektron dalam membentuk bayangan sehingga SEM memiliki resolusi yang lebih tinggi daripada mikroskop optik. Hal ini disebabkan oleh panjang gelombang de Broglie yang dimiliki elektron lebih pendek daripada gelombang optik. Makin kecil panjang gelombang yang digunakan maka makin tinggi resolusi mikroskop, maksudnya adalah pada jarak yang sangat dekat tetap dapat menghasilkan perbesaran yang maksimal tanpa memecahkan gambar (Irvan, 2008).

Besar panjang gelombang de Broglie electron adalah

$$\lambda = \frac{h}{p} \quad (26)$$

dengan h konstanta *Planck* dan p adalah momentum elektron. Momentum electron dapat ditentukan dari energi kinetik melalui hubungan

$$K = \frac{p^2}{2m} \quad (27)$$

dengan K energi kinetik elektron dan m adalah massanya, di dalam SEM berkas electron keluar dari filament panas lalu dipercepat pada potensial tinggi. Akibat percepatan tersebut, akhirnya electron memiliki energi kinetik.

$$K = eV \quad (28)$$

Menggunakan persamaan (27) dan (28) dapat ditulis momentum electron sebagai

$$p = \sqrt{2meV} \quad (29)$$

dengan demikian panjang de Broglie yang dimiliki electron adalah

$$\lambda = \frac{h}{\sqrt{2meV}} \quad (30)$$

Bahan yang akan dikarakterisasi dengan teknik SEM tentulah bahan yang harus dapat berinteraksi dengan electron. Suatu bahan dapat berinteraksi dengan electron apabila bahan tersebut bersifat konduktor. Untuk bahan yang tidak bersifat konduktor, maka karakterisasi dengan teknik SEM dapat dilakukan bila bahan tersebut dilapisi terlebih dahulu dengan bahan konduktor (Abdullah dan Khairurrijal, 2010).

Cara kerja SEM adalah pertama kali Electron gun menghasilkan electron beam dari filament. Pada Electron gun digunakan tungsten hairpin gun dengan filament berupa lilitan tungsten yang berfungsi sebagai katoda. Tegangan yang diberikan kepada lilitan mengakibatkan terjadinya pemanasan. Katoda kemudian membentuk gaya yang dapat menarik electron ke anoda. Lensa magnetik (*electron lens*) memfokuskan elektron menuju suatu titik pada permukaan sampel. Sinar elektron yang terfokus memindai (*scan*) keseluruhan sampel dengan diarahkan oleh koil pemindai. Ketika elektron mengenai sampel, maka akan terjadi hamburan elektron menjadi electron sekunder atau *backscattered electron* dari permukaan sampel dan dideteksi oleh *detector*, sehingga signal dari *detector* dikuatkan oleh *amplifier* dan dimunculkan dalam bentuk gambar pada monitor (Abdullah dan Khairurrijal, 2010).

BAB V PENUTUP

A. Kesimpulan

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan dapat ditarik beberapa kesimpulan sebagai berikut :

1. Pengaruh waktu *milling* terhadap *microstructure forsterite* pada saat waktu *milling* 5 jam, 10 jam, 20 jam, 40 jam dapat dikaji dari 2 segi,
 - a. Struktur yang terbentuk pada saat waktu *milling* 5 jam, 10 jam 20 jam, dan 40 jam yaitu *Orthorhombic*.
 - b. Pengaruh waktu *milling* 5 jam, 10 jam, 20 jam, dan 40 jam terhadap ukuran kristal pada *forsterite* yaitu menyebabkan ukuran kristal mengecil pada waktu *milling* 20 jam dan 40 jam. Ukuran kristal berturut-turut yaitu 53,80 nm, 54,58 nm, 21,69 nm dan 18,78 nm.
2. Pengaruh waktu *milling* 5 jam, 10 jam, 20 jam, dan 40 jam pada sampel *forsterite* menyebabkan perubahan pada ukuran butir. Pada saat waktu *milling* 5 jam butiranya kecil dari waktu *milling* 10 jam bentuk morfologinya bulat. Sedangkan waktu *milling* 20 jam bentuk morfologinya bulat tetapi ukuran butirnya mulai merata. Ukuran butir berturut-turut yaitu sebesar 630 nm, 717 nm, 454 nm , 354 nm.

B. Saran

Agar ukuran butir dapat mencapai ukuran kurang dari 100 nm, maka peneliti selanjutnya bisa melanjutkan penelitian ini dengan menambah waktu *milling* yang digunakan.

DAFTAR PUSTAKA

- Abdullah, M. dan Khairurrijal. 2010. *Karakterisasi Nanomaterial Teori Penerapan dan Pengolahan Data*. CV. Rezeki Putra : Bandung.
- Agusta. 2013. Inventarisasi Dan Evaluasi Mineral Non Logam Dan Logam Di Daerah Kabupaten Pasaman Barat Provinsi Sumatera Barat.
- Amin BS, Hariyanti P. 2012. Pengaruh kecepatan *milling* terhadap perubahan struktur mikro komposit Mg/Al₃Ti. *J Teknik ITS*. 1(1): 113-116.
- Academie des science dan Academie des Technologies. 2004. *Nanoscience, Nanotechnologies*. RST No. 18
- Adityawarman, D. 2009. *Peranan Nanoteknologi Dalam Menunjang Ketahanan Pangan*. Artikel Seminar nanoteknologi. Semarang
- Beiser, Arthur. 1987. *Konsep Fisika Modern*. Jakarta: Erlangga.
- Bell, T.E., 2006. Understanding Risk Assesment of Nanotechnology. Artikel National Nanotechnology Coordination Office. USA
- Calka. A and Nikolov J. I. 1995. "The Dynamics of Magneto-Ball Milling and its Effects on Phase Transformations During Mechanical Alloying," *Materials Science Forum* vol. 179–181, pp. 333–338
- Cheng, Lin, Liu, Peng, Chen, XiaoMing. 2011. *Fabrication Of Nanopowder By High Energy Ball Milling And Low Temperature Sintering Of Mg₂SiO₄ Microwave Dielectrics*. College Of Pysics And Information Technology, Shaanxi Normal University, Xi'an 710062, China. pp. 373-377
- Cullity. 1956. *Element of X-Ray Diffraction*. Addison-Wesley Pub, Co. Inc. Massachusetts.
- Didem, Ayse. 2012. *Petrogenesis of Subduction Zone And Dunite Bodies*. *Jurnal of earth science and engineering*. Vol 2 (2012) 377-386
- Decastro. C and B. Mitchell. 2002. Nanoparticles from Mechanical Attrition, in *Synthesis, Functionalization and Surface Treatment of Nanoparticles*, M. Baraton, Ed. Valencia, CA: American Scientific Publishers, pp 1–15.
- Eckert J., J.C. Holzer, C.E. Krill III and W.L. Johnson. 1992. *Alloys compound*. pp 7, 1751.
- Efi, Yulian. 2013. *Potensi Energi dan Sumber Daya Mineral*. Kab. Solok Selatan : ESDM Kabupaten Solok Selatan
- Fecht, H.J. , E. Hellstern, Z. Fu and W.L Johnson . 1990. *Metals and Alloys*. pp 21

- Gorea. M, Naghiu. MA, Borodi. G. 2013. *Nano And Microstructure Effects On The Bioactivity Of Forsterite Powders*. Department of Chemical Engineering, National Institute for R&D of Isotopic and Molecular Technologies, 65-103,Romania. Vol. 2 (57) pp.87-91
- Government of indian, 2015. *Dunite And Pyroxenite*. Indian mineral yearbook 2013. ministry of mines : Indian bureau of mines
- Guerard, Daniel,Janot,Rhaphael. 2005. *Ball Milling In Liquid Media Applications to The Preparation of Anodic Materials For Lithium-Ion Batteries*.*Progress in material science*, pp 1-92.
- Handayani, A. 2007. *Pengamatan Strukturmikro dengan Mikroskop Optik Dan Scanning Electron Microscope (SEM-EDAX)*. Pusdiklat. Jakarta. 21 – 31 Mei 2007.
- Indris,S, Bork.D, Heitjans.P. 2000. *Produksi Nano Crystalline Teroksidasi Keramik Dengan High Energi Bola Milling*. University of Hannover
- Irvan, M. 2008. *Mineralogi Magnetik Lumpur Sidoarjo*. ITB : Bandung (Thesis).
- Istiyono, Edi. 2000. *Fisika Zat Padat 1*. Handout Kuliah. Yogyakarta: Universitas Negeri Yogyakarta.
- Kaushal, Kishore. 2007. *Study On The Effect Of High Energy Ball Milling (A Nano Material Procces) On The Microstructure And Mechanical Properties Of A (Al-Si-Fe-Cu) Alloy*. National Institute Of Technology : Rourkela (Thesis).
- Kaloari, R. M., dkk., 2014. *Sintesis dan Karakterisasi Nanokatalis α -Fe₂O₃ dengan Bahan Penyangga Mesopori SiO₂*. Prosiding Pertemuan Ilmiah XXVIII HFI Jateng & DIY, Yogyakarta, 26 April 2014 ISSN : 0853-0823.
- Kent, Ray W.,Kelley, Simon. 1998. *Mineralogy Magazine*. Western Scotland,62:607
- Koukouzas a,N. 2009. *Sequestration Of Co₂ In Magnesium Silicates, In Western Macedonia, Greece*. USA
- Kosanovic. 2005. *Synthesis of Forsterite Powder from Zeolite Precursors*. Department of Material Chemistry, Ruder Boskovic Institute, Bijenicka. 54, 10000 Zagreb, Croatia, Vol. 2 (79), pp. 203-208
- Krause, Nolze. 1995. *Magnesium Silikat Atau Mgo-Sio₂ Memiliki Diagram Fasa*. UNILA : Lampung

- Krisnawan, Aris. 2009. *Karakterisasi Sampel Paduan Magnesium Jenis AZ9 1D Dengan Berbagai Variasi Waktu Milling Menggunakan X-Ray Fluoresence (XRF) dan X-Ray Diffraction (XRD)*. Universitas Islam Negeri Syarif Hidayatullah : Jakarta (Skripsi)
- Kumar. 2005. *Nanofabrication Towards Biomedical Applications*. Wiley-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA, Weinheim, Germany.
- Kuperman Yu, 1974. *The Mineral Composition of the Dunites From The Solov'evogory Deposits*. Eastern institute of refractories. V.I. Lenin metallurgical combine, Nizhne-Tagil. Translated from *Ogneupory*, No. 2, pp. 22-27
- Meilina, Maya. 2007. *Tekstur Kristalografi Aluminium dengan Semburan Neutron*. Universitas Indonesia : Jakarta (Thesis)
- Mostafavi, K., Ghahari, M., Baghshashi, S., Arabi, A.M. 2013. *Synthesis of $Mg_2SiO_4:Eu^{3+}$ by combustion method and investigating its luminescence properties*. Department of Materials Engineering, Science and Research Branch, Islamic Azad University, Department of Nanomaterials & Nanocoatings, Institute for Color Science and Technology (ICST), Iran. pp. 62-67
- Mohanty. 2009. *Characterization Of High Magnesian Rocks For Suitability As Flux In Iron and Steel Industry*. Mineralogy Department, Institute of Minerals and Materials Technology, Bhubaneswar - 751 013, India. Vol. 1(7) pp. 149-155
- Mukhlis, Ahadi. 2005. *Pancaran Sinar X Untuk Pemeriksaan medis*
- Muhriz, M., dkk., 2011. *Pembuatan Zeolit Nanopartikel dengan Metode High Energy Milling (Zeolite Nanopartikel dengan Metode High Energy Milling Method)*. Jurnal Sains dan Matematika. Vol. 19: 11-17 (2011).
- Nanotech Indonesia. 2014. *High Energy Milling E3D (HEM E3D)*. Banten : PUSPIPTEK Serpong.
- Nelson, A. 2012. *Silicate Structures, Structural Formula, Neso-, Cyclo-, And Soro-Silicates*. Mineralogy : Tulane university.
- Nuryadi, R. 2009. *Nanoteknologi Untuk Solusi Krisis Energi*. Artikel Seminar Nanoteknologi. Semarang
- Oksaria, Tasha. 2014. *Pengaruh Kecepatan Drum dan Jumlah Bola Penumbuk pada Ball Mill Terhadap distribusi Ukuran Serbuk Duralumin*. Universitas Brawijaya, 65145 Malang pp. 1-5

- Ozkaya, T., Toprak, M.S.Baykal, A., Kavas, H., Koseoglu, Y., Aktas, B., 2008, "Synthesis of Fe_3O_4 Nanoparticles at 1000C and its Magnetic Characterization", Journal of Alloy and Compound, 472, 18-23
- Pratapa, Suminar. 2004. Prinsip-Prinsip Difraksi Sinar-X. Makalah seminar XRD
- Prihandoko, dkk. 2010. Aplikasi HEM dalam Pembuatan Serbuk Nano LTAP. Jurnal Ilmu Pengetahuan dan Teknologi TELAAH. Vol. 27.
- Ratnawulan. 2013. *Karakterisasi Fisika Mineral Ekonomis Sumatera Barat Menggunakan Metode Difraksi Sinar X*. Padang: UNP
- Rosana, Dadan. 2003. Konsep Dasar Fisika Modern. IMSTP
- Sasikala T.S, Suma M.N, Mohanan. P. 2008. *Alloys Compound*. Pp. 461- 555
- Suud , Ibnu dan Hufri. 2003. Struktur dan ikatan Kristal. Diktat Kuliah FMIPA. UNP : Padang
- Sopicka Lizer, Malgorzata, 2010. *Mechanochemical processing nanopowders* . Woodhead Publishing Limited and CRC Press LLC : New York
- Smallman R.E., R.J. Bishop. 2000. *Metalurgi Fisik Modern dan rekayasa Material*. Jakarta: Erlangga.
- Subdinas. 2002. *Pengembangan geologi sumberdaya mineral dan energi*. Departemen Energi dan Sumberdaya Mineral.
- Suryanarayana. 2001. *Mechanical Alloying and Milling*. Departmen Metallurgi & Materials Engineering, Colorado School of Mines, golden Co 80401-1887. USA.
- Tavangarian.R, Emadi. R. 2009. *Mechanical activation assisted synthesis of pure nanocrystalline forsterite powder* Department of Materials Engineering, Isfahan University of Technology (IUT), Isfahan 84156-83111, Iran. pp. 648-652
- Tavangarian.R, Emadi. R. 2010. *Mechanochemical Synthesis Of Single Phase Nanocrystalline Forsterite Powder*. Department of Materials Engineering, Isfahan University of Technology (IUT), Isfahan 84156-83111, Iran. pp. 343-350.
- Thornhill, Maria. 2011. *Dry Magnetic Separation of Olivine Sand*. Physicochemical problems of mineral processing. Norwegian university of science and technology. ISSN 1643-1409
- Turianicova, Erika dan Balaz, Peter. 2011. *A Possible Way To Storage Carbon Dioxide On Mechanically Activated Olivine $(Mg,Fe)_2SiO_4$* . Institute of Geotechnics, Slovak Academy of Science, Watsonova 45, 043 53, Slovakia. pp. 316-319

- Vlack, Van.1995. *Elements of Materials Science and Engineering*.University of Michigan.
- Vlack, Van. 2004. Elemen-elemen ilmu dan *rekayasa material*. Jakarta: Erlangga.
- Waheed,2002. *Spinel, Fe–Ti oxide minerals, apatites, and carbonates hosted in the ophiolites of Eastern Desert of Egypt. mineralogy and chemical aspects*. *Arabian Journal of Geosciences* vol. 7., 693 – 709
- Wardani,Melinda. 2014. *Pengaruh Temperatur Terhadap Struktur Batuan Dunit Dari Jorong Tongar Nagari Aur Kuning Kecamatan Pasaman Kabupaten Pasaman Barat Sumatera Barat*.UNP: Padang(Skripsi)
- Yoke Meng, Tan, Chou Young, Tan, Singh, Ramesh. 2015. *The Effect Treatment Time On The Formation of Forsterite(Mg₂SiO₄)*. Centre of Advance Manufacturing and Materials Processing.Department of Mechanical Engineering, Faculty of Engineering, University of Malaya, 50603, Malaysia. Vol. 4 no.2 pp.104-107

