

**PENGARUH WAKTU *MILLING* TERHADAP STRUKTUR MIKRO DAN UKURAN
BUTIR NANOPARTIKEL *FORSTERITE* (Mg_2SiO_4) MINERAL SERPENTIN DARI
KABUPATEN SOLOK SELATAN**

SKRIPSI

Diajukan Sebagai Salah Satu Persyaratan Memperoleh Gelar Sarjana Sains



Oleh:

SARIMAI

NIM 1201446/2012

PROGRAM STUDI FISIKA

JURUSAN FISIKA

FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM

UNIVERSITAS NEGERI PADANG

2016

PERSETUJUAN SKRIPSI

Judul : Pengaruh Waktu *Milling* Terhadap Struktur Mikro dan Ukuran Butir Nanopartikel *Forsterite* (Mg_2SiO_4) Mineral Serpentin dari Kabupaten Solok Selatan

Nama : Sarimai

Nim : 1201446

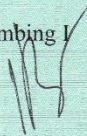
Program Studi : Fisika

Fakultas : Matematika Dan Ilmu Pengetahuan Alam

Padang, Agustus 2016

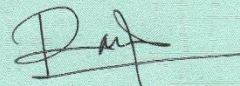
Disetujui Oleh :

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

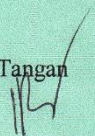
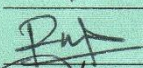
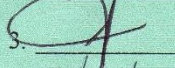
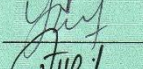
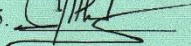
Judul : Pengaruh Waktu *Milling* Terhadap Struktur Mikro dan
Ukuran Butir Nanopartikel *Forsterite* (Mg_2SiO_4) Mineral
Serpentin dari Kabupaten Solok Selatan
Nama : Sarimai
NIM/TM : 1201446/ 2012
Program Studi : Fisika
Jurusan : Fisika
Fakultas : Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam

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, berupa skripsi dengan judul Pengaruh Waktu Milling Terhadap Struktur Mikro dan Ukuran Butir Nanopartikel *Forsterite* (Mg_2SiO_4) Mineral Serpentin dari Kabupaten Solok Selatan;
2. Karya tulis ini murni gagasan, rumusan dan penelitian saya sendiri, tanpa bantuan pihak lain kecuali pembimbing;
3. Karya tulis ini tidak terdapat karya atau pendapat yang telah ditulis atau dipublikasi 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 karena karya tulis ini, serta sanksi lainnya sesuai norma dan ketentuan hukum yang berlaku.

Padang, 12 Agustus 2016
Yang membuat pernyataan



Sarimai
NIM : 1201446

ABSTRAK

Sarimai : Pengaruh Waktu *Milling* Terhadap Struktur Mikro dan Ukuran Butir Nanopartikel *Forsterite* (Mg_2SiO_4) Mineral Serpentin Dari Kabupaten Solok Selatan

Sumatra Barat memiliki sumber daya mineral serpentin yang cukup besar, diantaranya terdapat di Jorong Sungai Padi Nagari Lubuak Gadang Kecamatan Sangir Kabupaten Solok Selatan. Eksploitasi bahan galian serpentin masih diolah dalam keadaan mentah atau bahan setengah jadi sehingga memiliki nilai jual yang rendah. Mineral serpentin memiliki kandungan mineral *forsterite* yang bernilai ekonomis tinggi jika dalam bentuk nanopartikel. Perlakuan variasi temperatur kalsinasi terhadap mineral serpentin diperoleh *forsterite*. Penelitian ini bertujuan menyelidiki pengaruh waktu *milling* terhadap struktur mikro dan ukuran butir nanopartikel *forsterite* mineral serpentin dalam bentuk struktur kristal, ukuran kristal, dan ukuran butir partikel.

Penelitian ini merupakan penelitian eksperimen yang dilaksanakan di Laboratorium Material dan Biofisika Jurusan Fisika Universitas Negeri Padang, Laboratorium Geofisika Jurusan Fisika Universitas Negeri Padang dan Laboratorium Pusat Penelitian dan Pengembangan Geologi Kelautan Jawa Barat. Pada penelitian ini dilakukan variasi waktu *milling* 5 jam, 10 jam, 20 jam, dan 40 jam terhadap mineral serpentin untuk membuat nanopartikel *forsterite* menggunakan alat *High Energy Milling* (HEM). Sampel yang telah *dimilling*, dikarakterisasi menggunakan *X-Ray Diffraction* (XRD) untuk melihat struktur Kristal dan ukuran kristalinnya, sedangkan untuk melihat ukuran butir partikelnya digunakan *Scanning Electron Microscopic* (SEM).

Hasil dari penelitian memperlihatkan bahwa pengaruh waktu *milling* terhadap struktur mikro *forsterite* ditinjau dari: 1)struktur kristal, waktu *milling* tidak berpengaruh terhadap struktur kristal *forsterite* yaitu *ortorombic*. 2)ukuran kristal, waktu *milling* berpengaruh terhadap ukuran kristal dalam bentuk penurunan puncak XRD. Berdasarkan hasil SEM menunjukkan bahwa waktu *milling* berpengaruh terhadap ukuran butir, semakin lama waktu *milling* maka ukuran butir *forsterite* semakin kecil.

KATA PENGANTAR

Syukur *Alhamdulillah* penulis ucapkan kehadiran Allah SWT yang maha memiliki ilmu dan maha luas ilmu-Nya. Berkat rahmat dan hidayah-Nya penulis sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi ini dengan judul “Pengaruh Waktu *Milling* Terhadap Struktur Mikro dan Ukuran Butir Nanopartikel *Forsterite* (Mg_2SiO_4) Mineral Serpentin Dari Kabupaten Solok Selatan”. Selanjutnya salawat dan salam penulis persembahkan kepada Nabi Besar 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”. Skripsi ini disusun sebagai salah satu syarat memperoleh gelar Sarjana Sains pada Program Studi Fisika, Jurusan Fisika, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Negeri Padang.

Dalam penulisan skripsi ini, penulis banyak mendapatkan masukan berupa sumbang pikiran, bimbingan, dan saran dari berbagai pihak. Untuk itu, penulis mengucapkan terima kasih kepada :

1. Ibu Dr. Hj. Ratnawulan, M.Si., selaku pembimbing I, pembimbing akademik dan Ketua Jurusan Fisika.
2. Bapak Dr. Ramli, S.Pd, M.Si, selaku pembimbing II.
3. Bapak Yohandri Azwir, M.Si, Ph.D., selaku penguji dan Sekretaris Jurusan Fisika.
4. Bapak Dr. H. Ahmad Fauzi, M.Si., dan Bapak Zulhendri Kamus, S.Pd, M.Si., selaku penguji.
5. Ibu Syafriani, S.Si, M.Si, Ph.D., selaku ketua Program Studi Fisika.
6. Bapak Pakhrur Razi, S.Pd, M.Si., selaku penasehat akademik.
7. Kedua orang tua dan kakak-kakak yang telah memberikan dukungan moril dan materil.

8. Seluruh Staf pengajar Jurusan Fisika yang telah membekali penulis dengan berbagai ilmu dan pengetahuan selama masa perkuliahan.
9. Seluruh Staf administrasi dan Laboran Jurusan Fisika.
10. Selanjutnya rekan-rekan dan semua pihak yang telah membantu hingga terselesaikannya skripsi ini.

Penulis menyadari bahwa penulisan skripsi ini masih banyak kekurangan di dalamnya, sehingga penulis membutuhkan saran dan kritik yang konstruktif guna perbaikan skripsi ini ke depannya.

Padang, Mei 2016

Penulis

DAFTAR ISI

ABSTRAK	i
KATA PENGANTAR	ii
DAFTAR ISI.....	iv
DAFTAR TABEL	vi
DAFTAR GAMBAR	vii
DAFTAR LAMPIRAN.....	ix

BAB I PENDAHULUAN

A. Latar Belakang	1
B. Rumusan Masalah	3
C. Batasan Masalah.....	4
D. Tujuan Penelitian.....	4
E. Manfaat Penelitian.....	4

BAB II TINJAUAN PUSTAKA

A. Potensi Serpentin Di Kabupaten Solok Selatan	6
B. Serpentin	7
C. Forsterite.	10
D. Forsterite Dari Mineral Serpentin.	12
E. Nanopartikel.....	16
F. Nanopartikel Forsterite	19
G. Aplikasi Nanopartikel Forsterite Sebagai Bahan tahan Api dan Pelapis pada industri Besi Baja	20
H. Pengaruh Waktu Milling Terhadap Struktur Mikro Nanopartikel	

forsterite	21
I. Pengaruh Waktu Milling Terhadap Ukuran Butir Nanopartikel forsterite	28
J. Penggilingan Mekanik Dengan Alat HEM-E3D	30
K. Kristalografi	36
L. XRD <i>Diffraction</i>	44
M. SEM	56

BAB III METODE PENELITIAN

A. Jenis Penelitian	58
B. Waktu dan Tempat Penelitian.	58
C. Variabel Penelitian	58
D. Prosedur Penelitian.....	59

BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN

A. Hasil Penelitian	73
B. Pembahasan	89

BAB V PENUTUP

A. Kesimpulan.....	95
B. Saran.....	95

DAFTAR PUSTAKA.....	96
----------------------------	-----------

LAMPIRAN HASIL XRD

DAFTAR TABEL

Tabel 1. Kadar kandungan pada mineral serpentin	10
Tabel 2. Karakteristik <i>Forsterite</i> (Mg_2SiO_4)	12
Tabel 3. Fasa <i>forsterite</i> yang terbentuk pada masing-masing sampel	16
Tabel 4. Struktur dari mineral penyusun serpentin.....	17
Tabel 5. Analisa Data XRD Hasil <i>Milling</i> Terhadap Ukuran Kristal dari magnesium.....	30
Tabel 6. SpesifikasiHEM-E3D.....	37
Tabel 7. Tujuh sistem kristal dan empat belas kisi Bravais	43
Tabel 8. Data hasil pengukuran <i>forsterite</i> waktu <i>milling</i> 5 jam	77
Tabel 9. Data hasil pengukuran <i>forsterite</i> waktu <i>milling</i> 10 jam	79
Tabel 10. Data hasil pengukuran <i>forsterite</i> waktu <i>milling</i> 20 jam	80
Tabel 11. Data hasil pengukuran <i>forsterite</i> waktu <i>milling</i> 40 jam	81
Tabel 12. Struktur <i>forsterite</i> dengan variasi waktu <i>milling</i>	88
Tabel 13. Ukuran kristalin dari fasa <i>forsterite</i>	89
Tabel 14. Perubahan struktur mikro dan ukuran butir nanopartikel <i>forsterite</i> pada beberapa penelitian dengan beberapa variasi waktu <i>milling</i>	94

DAFTAR GAMBAR

Gambar 1. Mineral Serpentin.....	9
Gambar 2. Struktur <i>Forsterite</i>	13
Gambar 3. Dua pendekatan utama sintesis nanopartikel	21
Gambar 4. Karakteristik deformasi pada partikel serbuk.....	25
Gambar 5. Mekanisme Terjadinya Tumbukan.....	25
Gambar 6. Mekanisme Pembentukan fasa	26
Gambar 7. Hambatan energi yang memisahkan keadaan structural	27
Gambar 8. Pola difraksi sinar-X untuk sintesis <i>forsterit</i> menggunakan proses mekanik (<i>ball mill</i>) dengan variasi waktu <i>milling</i> (5 menit- 60 jam) ...	28
Gambar 9. Hasil pengamatan menggunakan SEM mulai dari pengamatan ; (a) <i>talca</i> , (b) <i>MgO</i> , dan <i>forsterit</i> yang diperoleh setelah aktivitas mekanik menggunakan <i>ball mill</i> 60 jam.....	29
Gambar 10. Prinsip kerja HEM-E3D.....	30
Gambar 11. (a). Susunan atom kristal. (b). Susunan atom amorf.....	40
Gambar 12. Sumbu dan sudut antar sumbu Kristal	41
Gambar 13. Empat belas kisi Bravais.....	44
Gambar 14. Bidang kristal dengan indeks miller	44
Gambar 15. Skema difraktometer Sinar-X	48
Gambar 16. Spektrum Sinar-X molybdenum	50

Gambar 17. Transisi electron.....	51
Gambar 18. Perbandingan radiasi Cu dengan filter dan tanpa filter.....	52
Gambar 19. Difraksi bidang kisi.....	54
Gambar 20. Tampilan hasil spectrum X-ray Diffractometer.....	60
Gambar 21. Skema <i>scanning</i> electronmicroscopy (SEM).....	61
Gambar 22. High Energy <i>Milling</i> (HEM-E 3D).....	64
Gambar 23. X-Ray Diffraction (XRD)	64
Gambar 24. Mesin uji SEM untuk mengetahui ukuran butir dan morfologi <i>forsterite</i> mineral serpentin	64
Gambar 25. Timbangan Analitik	66
Gambar 26. Sampel forsterite	67
Gambar 27. Empat buah sampel <i>forsterite</i>	64
Gambar 28. a) Bola-bola karbon steel, b) jar.....	70
Gambar 29. Hasil <i>Milling Forsterite</i> Mineral Serpentin a) 5 jam, b) 10 jam, c) 20 jam, dan d) 40 jam	72
Gambar 30. Preparasi sampel serbuk.....	75
Gambar 31. Hasil pengukuran berupa difraktogram	77
Gambar 32. Diagram Alir Penelitian	78
Gambar 33. Pola Difraksi <i>Forsterite Milling</i> 5 jam	79
Gambar 34. Pola Difraksi <i>Forsterite Milling</i> 10 jam	80

Gambar 35. Pola Diffraksi <i>Forsterite</i> Milling 20 jam	
Gambar 36. Pola Diffraksi <i>Forsterite</i> Milling 40 jam	82
Gambar 37. Hasil SEM morfologi serpentin hasil <i>milling</i> 5 jam, a) perbesaran 10.000x, b) perbesaran 33.000x	80
Gambar 38. Hasil SEM morfologi <i>forsterite</i> hasil <i>milling</i> 10 jam, a) perbesaran 10.000x, b) perbesaran 33.0000x	81
Gambar 39. Hasil SEM morfologi <i>forsterite</i> hasil <i>milling</i> 20 jam, a) perbesaran 10.000x, b) perbesaran 35.000x	82
Gambar 40. Hasil SEM morfologi <i>forsterite</i> hasil <i>milling</i> 40 jam, a) perbesaran 10.000x, b) perbesaran 35.000x.	83
Gambar 41. Pola difraksi sinar-x serta fasa yang terbentuk pada setiap puncak pembuatan <i>forsterite</i> hasil <i>milling</i> 5 jam.....	81
Gambar 42. Pola difraksi sinar-x serta fasa yang terbentuk pada setiap puncak pembuatan <i>forsterite</i> hasil <i>milling</i> 10 jam.....	82
Gambar 43. Pola difraksi sinar-x serta fasa yang terbentuk pada setiap puncak pembuatan <i>forsterite</i> hasil <i>milling</i> 20 jam.....	82
Gambar 44. Pola difraksi sinar-x serta fasa yang terbentuk pada setiap puncak pembuatan <i>forsterite</i> hasil <i>milling</i> 40 jam.....	83
Gambar 45. Grafik hasil uji XRD pada pembuatan <i>forsterite</i> dengan berbagai variasi waktu 5, 10, 20, dan 40 jam	84
Gambar 46. Grafik pengaruh waktu <i>milling</i> terhadap ukuran kristalin dari	

<i>forsterite</i>	87
Gambar 47. Perbandingan hasil SEM <i>forsterite</i> berbagai variasi waktu dengan perbesaran 10000x a) 5 jam, b) 10 jam, c) 20 jam, dan d) 40 jam	88
Gambar 48. Grafik hubungan waktu <i>milling</i> terhadap ukuran butir partikel <i>Forsterite</i>	88

BAB I

PENDAHULUAN

A. Latar Belakang

Masterplan Percepatan dan Perluasan Pembangunan Ekonomi Indonesia (MP3EI) merupakan salah satu strategi dalam memajukan perekonomian di Indonesia. MP3EI menjadi arahan pembangunan ekonomi Indonesia hingga tahun 2025. Peranan MP3EI dalam struktur perekonomian Indonesia memberikan arahan strategis untuk pembangunan berdasarkan potensi alam yang dimiliki di tiap koridor ekonomi MP3EI.

Fokus penyusunan MP3EI di wilayah Koridor Ekonomi Sumatera yaitu industri besi baja. Serpentin memiliki peranan penting pada Industri besi baja yaitu sebagai bahan penyokong berdirinya industri besi baja. Sumatera Barat memiliki sumber daya mineral serpentin yang cukup besar, salah satunya Jorong Sungai Padi Nagari Lubuak Gadang Kecamatan Sangir Kabupaten Solok Selatan. Eksploitasi bahan galian serpentin masih diolah dalam keadaan mentah (*raw material*) atau bahan setengah jadi sehingga memiliki nilai jual yang rendah.

Berdasarkan penelitian Febrini (2014) serpentin mengandung senyawa oksida yang bernilai ekonomis dengan kadar yang bervariasi di setiap wilayah. Serpentin merupakan senyawa oksida, didalamnya terdapat jenis-jenis mineral *forsterite* (Mg_2SiO_4), *hematite* (Fe_2O_3), *clinoenstatite* (MgSiO_3), dan *Quartz* (SiO_4). Serpentin dapat digunakan sebagai bahan baku pembuatan *Forsterite* yang bernilai ekonomis tinggi jika dijadikan nanopartikel.

Penelitian tentang pembuatan nanopartikel *forsterite* telah dilakukan oleh Tavangarian dan Emadi (2009) menggunakan bahan *talc* dan *magnesium Oxide* dengan metode *ball mill*. Variasi waktu *milling* yang digunakan yaitu, 5, 10, 20, 40, dan 60 jam, sehingga diperoleh nanopartikel *forsterite* dengan ukuran butir <500 nm.

Nanopartikel *forsterite* dimanfaatkan dalam industri besi baja, digunakan sebagai pelapis rem dan bahan tahan api. Material berukuran nanometer memiliki sifat kimia dan fisika yang lebih unggul dari material berukuran besar (*bulk*). Dwandaru (2012) menjelaskan bahwa nanopartikel *forsterite* dapat meningkatkan daya tahan bahan besi baja yang dilapisinya.

Pembuatan nanopartikel *forsterite* telah dilakukan beberapa peneliti, namun bahan yang digunakan adalah bahan sintetis. Bahan sintetis membutuhkan biaya yang mahal dan memerlukan proses yang lama untuk membuatnya. Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan Febrini (2014) perlakuan variasi temperatur kalsinasi terhadap mineral serpentin, hasil yang diperoleh ditemukan fasa *forsterite* yang mendominasi pada temperatur 800°C. Mineral serpentin bisa dijadikan bahan alternatif pembuat nanopartikel *forsterite* yang mudah didapatkan di alam, dan tidak membutuhkan biaya yang mahal untuk membuatnya. Penelitian ini dilakukan variasi waktu *milling* pada mineral serpentin menggunakan metode *High Energy Milling* (HEM).

High energy milling merupakan teknik unik dengan menggunakan energi tumbukan antara bola-bola penghancur dan dinding *chamber* yang diputar dan digerakkan dengan cara tertentu. Keunggulan *high energy milling* adalah dapat

membuat nanopartikel dalam jumlah yang relatif banyak dalam waktu yang relatif singkat (Krisnawan, 2009). Selain itu, teknik *milling* merupakan salah satu teknik untuk menumbuhkan kristal padat tanpa melalui fasa evaporasi atau perlakuan reaksi kimia seperti yang biasa diperlukan dalam proses sintesis pada umumnya (Merupo dkk, 2012).

Penelitian ini menggunakan metode *high energy milling* untuk membuat nanopartikel, selanjutnya akan diselidiki pengaruh waktu *milling* terhadap struktur mikro dan ukuran butir nanopartikel *forsterite* mineral serpentin yang terdapat di Jorong Sungai Padi Nagari Lubuak Gadang Kecamatan Sangir Kabupaten Solok Selatan. Pengaruh waktu *milling* terhadap struktur mikro nanopartikel *forsterite* dianalisa menggunakan *X-Ray Diffraction* (XRD), sedangkan ukuran butir menggunakan *Scanning Electron Microscope* (SEM).

B. Rumusan Masalah

Berdasarkan latar belakang tersebut, maka dapat dirumuskan suatu permasalahan yaitu :

1. Bagaimana pengaruh waktu *milling* terhadap struktur mikro *forsterite* mineral serpentin dari Kabupaten Solok Selatan menggunakan *X-Ray Diffraction* (XRD) ?
2. Bagaimana pengaruh waktu *milling* terhadap ukuran butir *forsterite* mineral serpentin dari Kabupaten Solok Selatan menggunakan *Scanning Electron Microscope* (SEM) ?

C. Batasan Masalah

Berdasarkan perumusan masalah dan mengingat luasnya cakupan penelitian ini, maka penulis akan memfokuskan permasalahan menjadi :

1. Variasi waktu *milling* : 5 jam, 10 jam, 20 jam, dan 40 jam.
2. Struktur mikro dan ukuran butir nanopartikel *forsterite* mineral serpentin dari Kabupaten Solok Selatan ditinjau dari: (a) struktur kristal, (b) ukuran kristalin, dan (c) ukuran butir.

D. Tujuan Penelitian

Adapun tujuan dari penelitian ini adalah sebagai berikut :

1. Menyelidiki pengaruh waktu *milling* terhadap struktur mikro *forsterite* mineral serpentin dari Kabupaten Solok Selatan menggunakan *X-Ray Diffraction* (XRD).
2. Menyelidiki pengaruh waktu *milling* terhadap ukuran butir *forsterite* mineral serpentin dari Kabupaten Solok Selatan menggunakan *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 nanopartikel *forsterite* dapat dimanfaatkan sebagai bahan tahan api dan pelapis pada Industri besi baja.

3. Menambah pengetahuan pembaca tentang pengaruh waktu *milling* terhadap struktur mikro dan ukuran butir nanopartikel *forsterite* mineral serpentin dari Kabupaten Solok Selatan.
4. Menjadi tambahan literatur untuk peneliti selanjutnya.

BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

A. Potensi Serpentin di Kabupaten Solok Selatan

Kabupaten Solok Selatan terletak di bagian timur Provinsi Sumatera Barat. Kabupaten ini resmi dimekarkan dari Kabupaten Solok pada tahun 2004 mencakup wilayah seluas 3.346,20 km². Secara geografis, Kabupaten Solok Selatan berada pada posisi 01° 17' 13"-1° 46' 45" Lintang Selatan dan 100° 53' 24"- 101° 26' 27" Bujur Timur. Secara administrative Kabupaten Solok Selatan sebelah utara berbatasan dengan Kabupaten Solok, sebelah selatan berbatasan dengan Propinsi Jambi, sebelah barat dengan Kabupaten Pesisir Selatan dan sebelah timur dengan Kabupaten Sijunjung.

Kondisi geologi Kabupaten Solok Selatan berpengaruh terhadap kondisi geomorfologi dan struktur geologi yang berkembang. Hal ini dapat dilihat bahwa sebagian besar wilayah Kabupaten Solok Selatan merupakan daerah perbukitan bergelombang dengan litologi yang beranekaragam. Keadaan ini memungkinkan terjadinya proses mineralisasi dan keterdapatan berbagai mineral ekonomis (Efi, 2013). Salah satu mineral ekonomis adalah serpentin yang merupakan bahan galian industri (golongan C) yang terdapat di Kabupaten Solok Selatan terutama di Jorong Sungai Padi Nagari Lubuak Gadang.

Keberadaan serpentin sebagai bahan galian industri masih diolah dalam keadaan mentah (*raw material*) sehingga memiliki nilai jual yang rendah. Dinas Geologi Sumber Daya Mineral Solok Selatan (2005) menyatakan, pengolahan dan pemanfaatan serpentin saat ini belum tereksplorasi secara optimal. Berdasarkan

penelitian Febrini (2014) telah dilakukan karakterisasi sifat fisis serpentin dengan memberikan variasi waktu *milling*. Hasil yang diperoleh perubahan fasa serpentin yang banyak terjadi adalah fasa *forsterite*. Pada penelitian kali ini akan diselidiki pengaruh waktu *milling* terhadap struktur nanopartikel *forsterite* mineral serpentin. Dengan demikian, nilai jual dan kualitas dari serpentin akan meningkat dan dapat menjadi peluang investasi bagi masyarakat di wilayah Kabupaten Solok Selatan.

B. Serpentin

Serpentin berasal dari batuan ultrabasa yang mengalami perubahan akibat *hydrothermal* dan terjadinya pergantian unsur-unsur yang minor seperti nikel, kromium, cobalt, dan scandium (Faust, 1962). Serpentin merupakan mineral yang tersebar luas dan biasanya merupakan perubahan dari magnesium silikat, terutama *olivine*, *piroksen* dan *amphibole*. Serpentin biasanya juga bergabung dengan *magnesite*, *kromite*, dan *magnetite*, sehingga serpentin termasuk pada batuan *metamorf* (Hurlbut, 1972).

Serpentin merupakan batuan metamorf yang terbentuk dari mineral serpentin akibat perubahan basalt dasar laut yang bertekanan tinggi pada temperatur rendah. Mineral serpentin tergolong dalam kelas mineral Silikat yaitu *Phyllosilicates*. Serpentin memiliki kenampakan sifat fisik yang beranekaragam. Sehubungan dengan itu, Tonggiroh (2011) menyatakan bahwa kenampakan sifat fisik mineral serpentin berwarna hijau sampai hijau tua, memperlihatkan struktur retak (*fractures*) dan umumnya dijumpai bersama mineral silika, kalsit yang mengisi rongga batuan. Gambar 1 menunjukkan kenampakan fisik serpentin.



Gambar 1. Mineral Serpentin (Sumber : Febrini, 2014)

Serpentin memiliki rumus kimia $Mg_6(Si_4O_{10})(OH)_8$ dengan kandungan senyawa MgO 43%, Si_2 44.1%, H_2O 12.9%, serta unsur Fe dan Ni yang dapat menggantikan ion Mg (Hurlbut, 1972). Serpentin memiliki tiga jenis mineral yang berkaitan erat yaitu *antigorite*, *lizardite*, dan *chrysotile* (Boev, 2000; California Geological Survey, 2002; Bromiley, 2003; Hrsak, 2005).

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan Febrini (2014) diketahui kandungan pada mineral serpentin yang terdapat di Jorong Sungai Padi Nagari Lubuak Gadang Kecamatan Sangir Kabupaten Solok Selatan menggunakan XRF dapat dilihat pada Tabel 1.

Tabel 1. Kadar kandungan pada mineral serpentin

No	Unsur	Kadar
1	Mg	47.194
2	Si	41.742
3	Fe	7.996
4	Al	1.229
5	Ni	0.434
6	P	0.322
7	Ag	0.304
8	Ca	0.157

(Sumber : Febrini, 2014)

Tabel 1 terlihat bahwa unsur yang paling dominasi adalah unsur Mg, Si, Fe, Al dan Ni dengan kadar berturut-turut adalah 47.194%, 41.742%, 7.996%, 1.229%, dan 0.434%.

Mineral serpentin memiliki kandungan senyawa MgO , SiO_2 , Fe_2O_3 , Al_2O_3 dan H_2O yang bervariasi pada setiap wilayah. Menurut Hrsak (2005) dalam penelitiannya mineral serpentin yang berasal dari Kroasia memiliki komposisi kimia dengan kadar penyusun utama dari serpentin adalah Si_2 lebih dari 45% dan MgO lebih dari 30%. Campuran dominan adalah oksida-Fe lebih dari 10% dan sebagai tambahan adalah Al_2O_3 , CaO , Cr_2O_3 dan NiO yang terdapat dalam jumlah lebih dari 0,4%. Menurut buku *Dana's Manual Of Mineralogy* yang diterbitkan tahun 1972, diperoleh informasi bahwa kandungan serpentin meliputi kadar MgO 43%, SiO_2 44.1%, H_2O 12.%, unsur Fe dan Ni dapat menggantikan unsur Mg. Tonggiroh dan Purwanto (2011) memaparkan serpentin yang berada di sebaran bagian timur dan bagian tenggara pulau Sulawesi memiliki kandungan magnesium 35% dan besi

lebih kecil dari 10%. Kandungan yang hampir sama juga diperkuat oleh penelitian yang dilakukan oleh Zhu (2012) di China, serpentin memiliki kandungan SiO_2 34.3%, MgO 37.5%, Fe_2O_3 6%, Al_2O_3 0.2% dan CaO 0.45%. Berdasarkan penelitian Febrini (2014) serpentin yang berada di Kabupaten Solok Selatan memiliki kandungan unsur Mg, Si, Fe, Al dan Ni dengan kadar berturut-turut adalah 47.194%, 41.742%, 7.996%, 1.229%, dan 0.434%.

Berdasarkan hasil penelitian para ahli, serpentin yang terdapat di Kabupaten Solok Selatan memiliki kandungan Mg, dan Si yang lebih tinggi daripada yang terdapat daerah lain dengan kadar berturut-turut yaitu 47.194%, 41.742%. Berdasarkan informasi yang diperoleh ini serpentin yang terdapat di Kabupaten Solok Selatan sangat potensial untuk dilakukan penelitian lebih selanjutnya.

C. *Forsterite*

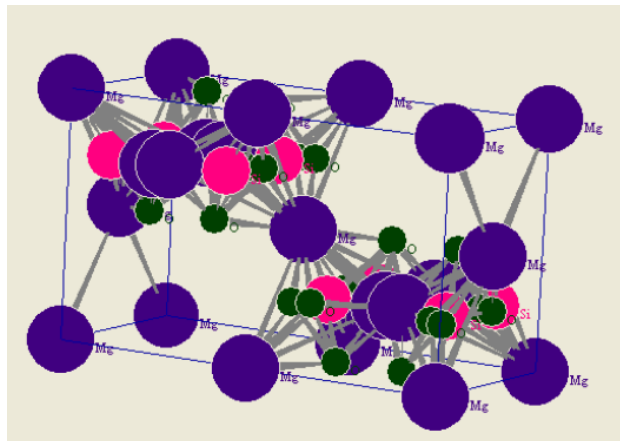
Forsterite adalah salah satu anggota dari kelompok mineral *olivine* dan merupakan mineral paling kaya magnesium. Secara geologi, *forsterite* terdapat di dalam batuan beku ultramafik dan *forsterite* juga terdapat pada marmer *dolomitic* yang merupakan hasil dari metamorfosis batu gamping dengan kandungan magnesium yang tinggi. Beberapa bahan baku yang terkandung dalam mineral *forsterite* antara lain MgO (50-60%), SiO_2 (30-40%), Al_2O_3 (2-3%), Fe_2O_3 (6-8%), dan CaO (0,5-1%). *Forsterite* memiliki karakteristik dan sifat fisik yang dapat dilihat pada Tabel 2.

Tabel 2. Karakteristik *forsterite* (Mg_2SiO_4).

Karakteristik	Nilai
Kategori	Mineral Silikat
Sistem kristal	Ortorombik; $2/m2/m2/m$
Parameter sel ($\text{\AA}$)	$a = 4,79$ $b = 10,19$ $c = 5,85$
Warna	Tak berwarna, hijau, kuning, hijau kekuningan, dan putih.
Titik lebur ($^{\circ}\text{C}$)	1890
Permitivitas dielektrik	6,8
Kekuatan patah ($\text{Mpa.m}^{1/2}$)	2,4
Koefisien ekspansi termal ($\times 10^{-3}/^{\circ}\text{K}$)	4,67
<i>Hardness (Mohs)</i>	7
<i>Density (gr/cm^3)</i>	3,275

(Sumber : Hurlbut, 1972)

Tabel 2 menunjukkan bahwa menurut Hurlbut struktur kristal *forsterite* merupakan ortorhombik dengan $a \neq b \neq c$, dimana $a = 4,79 \text{ \AA}$; $b = 10,19 \text{ \AA}$; $c = 5,85 \text{ \AA}$ dengan $\alpha = \beta = \gamma = 90^{\circ}$ dan *space group* Pbnm yakni 62. Berdasarkan data yang telah dimasukkan pada PCW23, maka dihasilkan struktur Mg_2SiO_4 yang diperlihatkan pada Gambar 2.



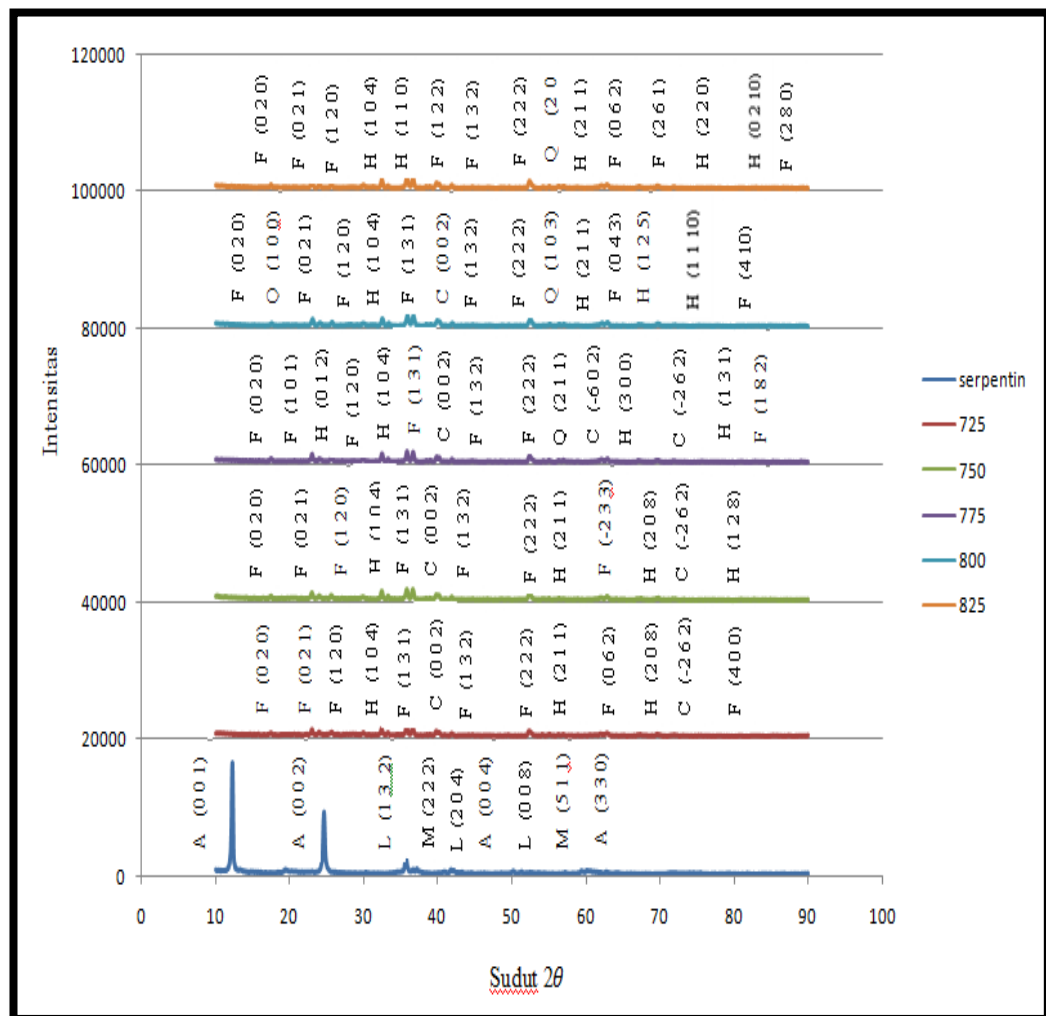
Gambar 2. Struktur *forsterite* (Hurlbut, 1972)

Forsterite (Mg_2SiO_4) memiliki jari-jari atom Mg sebesar $1,6 \text{ \AA}$, Mg^{2+} sebesar $0,75 \text{ \AA}$, Si^{4+} sebesar $0,4 \text{ \AA}$, dan O^{2-} sebesar $1,35 \text{ \AA}$. Dalam gambar atom Mg ditunjukkan dengan warna ungu, Mg^{2+} warna hijau, Si^{4+} warna putih, dan O^{2-} warna pink.

Forsterite memiliki konduktivitas listrik rendah sehingga ideal digunakan untuk bahan elektronik. Selain itu, *forsterite* memiliki titik leleh yang tinggi yaitu sebesar $1890 \text{ }^\circ\text{C}$ yang menunjukkan bahwa *forsterite* sebagai bahan tahan api dan aplikasi pembuatan keramik karena memiliki stabilitas kimia yang baik dan koefisien ekspansi termal yang rendah (Kasanovic dkk, 2005).

D. *Forsterite* dari Mineral Serpentin

Forsterite dapat diperoleh dengan melakukan proses pada mineral serpentin. Berdasarkan analisis data XRD penelitian yang dilakukan Febrini (2014) untuk masing-masing sampel terlihat bahwa variasi temperatur sintering mempengaruhi fasa serpentin yang terbentuk. Fasa serpentin yang terbentuk untuk masing-masing temperatur ditampilkan pada Gambar 3.



Gambar 3. Pola XRD serpentin tanpa sinteing (temperatur 26⁰C), 725⁰C, 750⁰C, 775⁰C, 800⁰C, 825⁰C (Sumber: Febrini, 2014)

Gambar 3 terlihat perubahan fasa dari pola XRD dengan masing-masing variasi temperatur kalsinasi. Perubahan fasa tersebut dilihat dari hilang dan munculnya puncak fasa serpentin pada pola XRD. Fasa serpentin yang terbentuk akibat temperatur kalsinasi diperlihatkan pada Tabel 3.

Tabel 3. Fasa *forsterite* yang terbentuk pada masing-masing sampel

Temperatur kalsinasi	Fasa <i>forsterite</i>	Fasa <i>hematite</i>	Fasa <i>clinoenstatite</i>	Fasa <i>quartz</i>
725 °C	√	√	√	
750 °C	√	√	√	
775 °C	√	√	√	√
800 °C	√	√	√	√
825 °C	√	√		√

(Sumber : Febrini, 2014)

Berdasarkan Tabel 3 untuk sampel yang dikalsinasi pada temperatur 725°C, 750°C ditemukan 3 jenis fasa serpentin yaitu *forsterite*, *hematite* dan *clinoenstatite*. Sampel hasil kalsinasi 775°C dan 800 °C ditemukan 4 fasa serpentin yaitu *forsterite*, *hematite* *clinoenstatite* dan *quartz*. Sedangkan sampel yang dikalsinasi pada temperatur 825 °C ditemukan 3 jenis fasa yaitu *forsterite*, *hematite*, dan *quartz*.

Pada data hasil pengukuran XRD yang telah dicocokkan dengan *database* maka diperoleh fasa dari penyusun serpentin. Selain itu, dari *database* juga diperoleh struktur kristal dari serpentin. Struktur kristal ini meliputi parameter kisi, grup ruang, dan sistem kristal. Data untuk mengetahui struktur kristal ini merupakan data langsung yang terdapat pada *database*. Struktur dari tiap sampel serpentin diperlihatkan pada Tabel 4.

Tabel 4. Struktur dari mineral penyusun serpentin

Suhu	Fasa	Struktur							
		<i>a</i>	<i>B</i>	<i>c</i>	α	β	γ	Grup Ruang	Sistem Kristal
Sebelum Disinter	<i>Antigorite</i>	5.42	9.25	7.26	90	91.38	90	P	Monoclinic
	<i>Lizardite</i>	5.34	9.24	14.2	90	90	90	Ccm21	Orthorombik
	<i>Magnetit</i>	8.37	8.37	8.37	90	90	90	Fd-3m	Cubic
725	<i>Forsterite</i>	4.75	10.1	5.97	90	90	90	Pbnm	Orthorombik
	<i>Hematite</i>	5.02	5.02	13.7	90	90	120	R-3c	Rhombohedral
	<i>Clinoenstatite</i>	9.60	8.81	5.16	90	108.3	90	P21/A	Monoclinic
750	<i>Forsterite</i>	4.75	10.1	5.97	90	90	90	Pbnm	Orthorombik
	<i>Hematite</i>	5.02	5.02	13.7	90	90	120	R-3c	Rhombohedral
	<i>Clinoenstatite</i>	9.60	8.81	5.16	90	108.3	90	P21/A	Monoclinic
775	<i>Forsterite</i>	4.75	10.19	5.97	90	90	90	Pbnm	Orthorombik
	<i>Hematite</i>	5.02	5.02	13.7	90	90	120	R-3c	Rhombohedral
	<i>Clinoenstatite</i>	9.60	8.81	5.16	90	108.3	90	P21/A	Monoclinic
	<i>Quartz</i>	4.90	4.90	5.39	90	90	120	P3221e	Hexagonal
800	<i>Forsterite</i>	4.75	10.1	5.97	90	90	90	Pbnm	Orthorombik
	<i>Hematite</i>	5.01	5.01	13.6	90	90	120	R-3c	Rhombohedral
	<i>Clinoenstatite</i>	9.60	8.81	5.16	90	108.3	90	P21/A	Monoclinic
	<i>Quartz</i>	4.90	4.90	5.39	90	90	120	P3221e	Hexagonal
825	<i>Forsterite</i>	4.75	10.1	5.97	90	90	90	Pbnm	Orthorombik
	<i>Hematite</i>	5.01	5.01	13.6	90	90	120	R-3c	Rhombohedral
	<i>Quartz</i>	4.90	4.90	5.39	90	90	120	P3221e	Hexagonal

(Sumber : Febrini, 2014)

Berdasarkan Tabel 4 analisis data untuk serpentin sebelum dikalsinasi mengandung fasa *antigorite* struktur kristal *monoclinic* yang memiliki unit sel berturut-turut $a = 5,42$; $b = 9,25$; $c = 7,26$. Selain itu serpentin juga mengandung fasa *lizardite* dengan struktur kristal *orthorombic* dan unit sel $a = 5,34$; $b = 9,24$; $c = 14,2$. Serpentin juga berasosiasi dengan mineral *magnetite* di alam. Fasa *magnetite* memiliki struktur kristal *cubic* dengan unit sel $a = b = c = 8,37$. Sampel serpentin yang dikalsinasi pada temperatur 725°C hingga temperatur 800 °C muncul fasa *forsterite* dengan unit sel $a = 4,75$; $b = 10,1$; $c = 5,97$ dengan struktur *orthorombic*, fasa *hematite* dengan unit sel $a = b = 5,02$; $c = 13,7$ dengan struktur

rhombohedral. Namun, pada temperatur 800°C - 825°C, *hematite* mengalami sedikit penurunan pada unit selnya yaitu $a = b = 5,01$ dan $c = 13,6$. Perubahan ini disebabkan adanya koordinasi atom-atom penyusun serpentin. Selain itu, juga muncul fasa *clinoenstatite* dengan unit sel $a = 9,60$; $b = 8,81$; $c = 5,16$ struktur *monoclinic*. Temperatur 775°C hingga temperatur 825°C muncul fasa *quartz* dengan unit sel $a = b = 4,90$ dan $c = 5,39$ dengan struktur hexagonal. Sedangkan fasa *clinoenstatite* hilang pada suhu 825°C.

Penelitian yang telah dilakukan Febrini (2014) fasa yang banyak terjadi adalah fasa *forsterite* pada serpentin dengan suhu kalsinasi 800°C dan 825°C. Penelitian ini akan melakukan variasi waktu *milling* menggunakan sampel serpentin yang telah dikalsinasi pada suhu 800°C untuk memperoleh nanopartikel *forsterite* akan dilakukan variasi *milling* menggunakan alat HEM-E3D.

E. Nanopartikel

Nanopartikel dapat terjadi secara alamiah ataupun melalui proses pembuatan oleh manusia. Pembuatan nanopartikel bermakna pembuatan partikel dengan ukuran yang kurang dari 100 nm dan serta mengubah sifat atau fungsinya. Orang umumnya ingin memahami lebih mendalam mengapa nanopartikel dapat memiliki sifat atau fungsi yang berbeda dari material sejenis dalam ukuran besar (bulk). Dua hal utama yang membuat nanopartikel berbeda dengan material sejenis dalam ukuran besar yaitu:

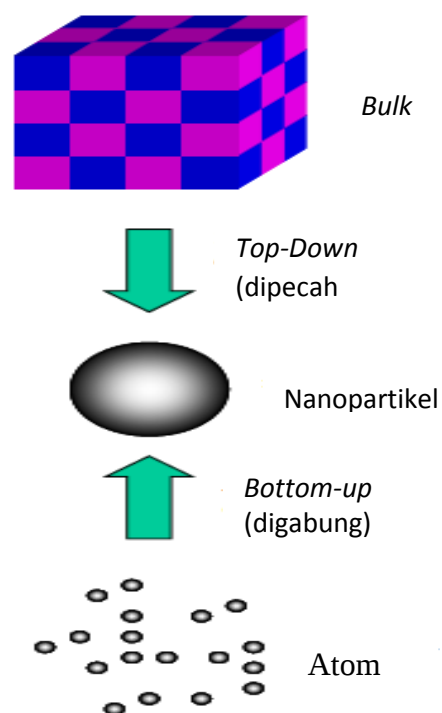
1. Ukurannya yang kecil, nanopartikel memiliki nilai perbandingan antara luas permukaan dan volume yang lebih besar jika dibandingkan dengan partikel sejenis dalam ukuran besar. Ini membuat nanopartikel bersifat lebih reaktif. Reaktivitas material ditentukan oleh atom-atom di permukaan, karena hanya atom-atom tersebut yang bersentuhan langsung dengan material lain,
2. Ketika ukuran partikel menuju orde nanometer, maka hukum fisika yang berlaku lebih didominasi oleh hukum-hukum fisika kuantum.

Sifat-sifat yang berubah pada nanopartikel biasanya berkaitan dengan fenomena-fenomena berikut ini. Pertama, fenomena kuantum sebagai akibat keterbatasan ruang gerak elektron dan pembawa muatan lainnya dalam partikel. Fenomena ini berimbas pada beberapa sifat material seperti perubahan warna yang dipancarkan, transparansi, kekuatan mekanik, konduktivitas listrik, dan magnetisasi. Kedua, perubahan rasio jumlah atom yang menempati permukaan terhadap jumlah total atom. Fenomena ini berimbas pada perubahan titik didih, titik beku, dan reaktivitas kimia. Perubahan-perubahan tersebut diharapkan dapat menjadi keunggulan nanopartikel dibandingkan dengan partikel sejenis dalam keadaan bulk. Para peneliti juga percaya bahwa kita dapat mengontrol perubahan-perubahan tersebut ke arah yang diinginkan.

Pembuatan nanopartikel dapat dilakukan dalam fasa padat, cair, maupun gas. Proses pembuatan dapat berlangsung secara fisika atau kimia. Proses pembuatan secara fisika tidak melibatkan reaksi kimia. Yang terjadi hanya pemecahan material besar menjadi material berukuran nanometer, atau pengabungan material berukuran sangat kecil, seperti kluster, menjadi partikel

berukuran nanometer tanpa mengubah sifat bahan. Proses pembuatan secara kimia melibatkan reaksi kimia dari sejumlah material awal (*precursor*) sehingga dihasilkan material lain yang berukuran nanometer. Contohnya adalah pembentukan nanopartikel garam dengan mereaksikan asam dan basa yang bersesuaian (Abdullah, 2008).

Secara umum, pembuatan nanopartikel akan masuk dalam dua kelompok besar. Gambar 3 menjelaskan dua pendekatan besar dalam pembuatan nanopartikel. Cara pertama adalah memecah partikel berukuran besar menjadi partikel berukuran nanometer. Pendekatan ini disebut pendekatan top-down. Pendekatan kedua adalah memulai dari atom-atom atau molekul-molekul atau kluster-kluster yang diassembly membentuk partikel berukuran nanometer yang dikehendaki. Pendekatan ini disebut bottom-up.



Gambar 3. Dua pendekatan utama pembuatan nanopartikel: top-down dan bottom-up (Sumber : Abdullah, 2008)

Top down merupakan pembuatan struktur nano dengan memperkecil material yang besar, 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*, dan presipitasi kimia (Kumar, 2005). Salah satu alat *milling* yaitu *High Energy Milling* (HEM) yang merupakan alat penggiling bola yang digunakan untuk melakukan proses pemaduan mekanik skala kecil dalam laboratorium.

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 pembuatan nanopartikel lainnya (Mustofa, 2009). Mesin penghalus ini mampu mengubah sampel yang keras dan mudah pecah menjadi sampel analitis yang berbentuk serbuk.

F. Nanopartikel *Forsterite*

Nanopartikel *forsterite* telah dilakukan oleh Tavangarian dan Emadi (2009) dengan variasi waktu *milling* terhadap pencampuran *talca* dan MgO mempengaruhi terbentuknya nanopartikel *forsterite* terbentuk dengan menggunakan metoda aktivasi mekanik selama 20 jam, 40 jam, dan 60 jam dengan menggunakan *ball milling* dengan suhu *annealing* 1200 °C didapatkan ukuran kristal nanokristalin *forsterite* 40 nm, sedangkan 5 jam penggilingan menggunakan *ball milling* dengan suhu *annealing* 1200 °C didapatkan ukuran kristal *forsterite* 60 nm.

Berbagai teknik yang dapat digunakan mendapatkan *forsterite* dengan kemurnian tinggi diantaranya adalah metode *solid-state reaction*, aktivasi mekanik, *alkoxy*, dan *sol-gel* (Su'ud dan Pratapa, 2015). Setiap metoda tersebut telah terbukti dapat menghasilkan nanopartikel *forsterite*.

Penelitian yang akan ini menggunakan metode *high energy milling*. Metode ini dipilih karena memiliki keunggulan diantaranya sebagai berikut:

- a. Dapat membuat nanopartikel dari bahan keramik, logam, mineral, dan obat-obatan.
- b. Laju penghancuran yang tinggi, pengkondisian sistem *milling* yang mudah sehingga mekanisme proses amorfisasi dan pembentukan nanopartikel lebih cepat dan efektif.
- c. Pengoperasian yang mudah dan aman digunakan.
- d. Dapat dioperasikan pada waktu yang ditentukan.

G. Aplikasi Nanopartikel *Forsterite* Sebagai Bahan Tahan Api dan Pelapis Pada Industri Besi Baja

Forsterite dapat digunakan sebagai bahan tahan api, karena memiliki titik leleh 1890°C, termal ekspansi rendah, stabilitas kimia, dan sifat insulasi yang sangat baik bahkan pada suhu tinggi. Bahan tahan api didefinisikan sebagai material konstruktif yang mampu mempertahankan bentuk dan kekuatannya pada temperatur tinggi dibawah beberapa kondisi, seperti tegangan mekanik dan serangan kimia dari gas-gas panas, cairan, dan semi leburan dari gelas, logam .

Bahan tahan api jenis *forsterite* bersifat basa. Indusri banyak menggunakan bahan tahan api basa berbasis manesite, dolomit *magnesite/chrome* dan *forsterite*.

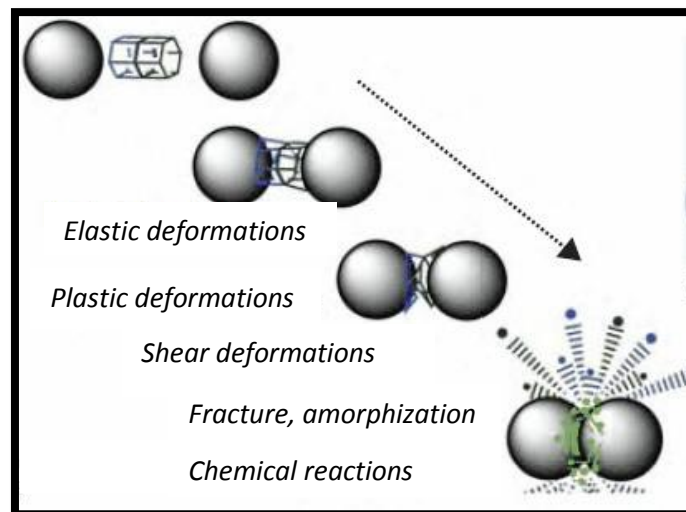
Tungku-tungku peleburan logam, seperti tungku hembus (*blast furnace*), tungku busur listrik (*electric arc furnace*), tungku pemurnian (*converter*) dan wadah logam cair (*ladle*) memerlukan bahan tahan api yang tahan temperatur tinggi (Dwandaru, 2012).

Guna memenuhi aplikasi pada tungku-tungku peleburan logam sebagai wadah logam cair pada temperatur tinggi, dan bahan tahan api memerlukan sifat-sifat atau karakteristik tertentu. Sifat-sifat ini diantaranya titik lebur yang tinggi, kekuatan mekanik yang baik pada temperatur tinggi, tahan terhadap korosi dan mudah dipasang (Dwandaru, 2012). Nanopartikel *forsterite* dimanfaatkan dalam industri besi baja, aplikasi industri seperti pelapis rem dan bahan tahan api ukuran partikel *forsterite* dalam skala nano dapat meningkatkan daya tahan bahan besi baja yang dilapisi dibandingkan berukuran besar.

H. Pengaruh Waktu *Milling* Terhadap Struktur Mikro Nanopartikel *Forsterite*

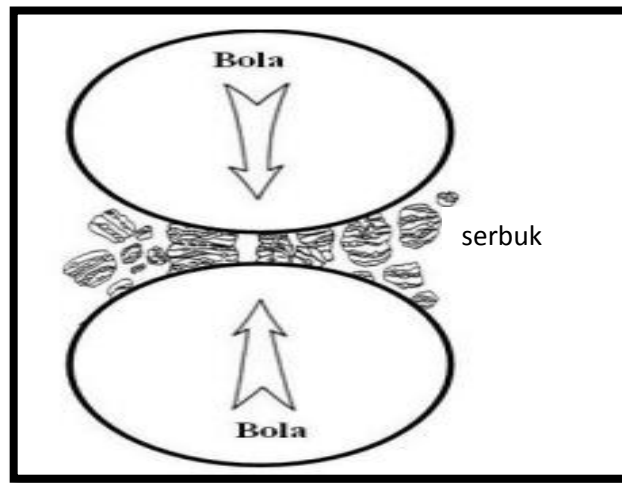
Pengaruh waktu *milling* terhadap struktur mikro nanopartikel *forsterite* dapat diketahui melalui proses *milling* sebagian besar dipengaruhi oleh termodinamika dan sifat kinetik pada sistem serbuk, intensitas *milling* dan temperatur. Semakin cepat perputaran *ball mill*, maka energi yang dihasilkan juga semakin besar dan menghasilkan temperatur yang semakin tinggi. Temperatur yang tinggi menguntungkan di beberapa kasus yang memerlukan proses difusi untuk menunjang proses pepaduan pada serbuk, dan internal stressnya berkurang atau bahkan hilang sama sekali.

Peningkatan temperatur di beberapa kasus sangat merugikan karena dapat menghasilkan fasa yang tidak stabil selama proses *milling* berlangsung, dan ukuran serbuk dapat menjadi lebih besar, jika kecepatan melebihi kecepatan kritis maka terjadi *pinned* pada dinding bagian dalam sehingga bola-bola tidak jatuh sehingga tidak menghasilkan gaya impak, jadi sebaiknya menggunakan kecepatan di bawah kecepatan kritisnya sehingga bola dapat jatuh dan menghasilkan tenaga impak yang optimal. Hal ini berpengaruh ke waktu yang dibutuhkan untuk mencapai hasil yang diinginkan. Gambar 4 berikut mengilustrasikan karakteristik deformasi pada partikel serbuk pada saat proses *milling*.



Gambar 4. Karakteristik deformasi pada partikel serbuk (Merupo dkk, 2015)

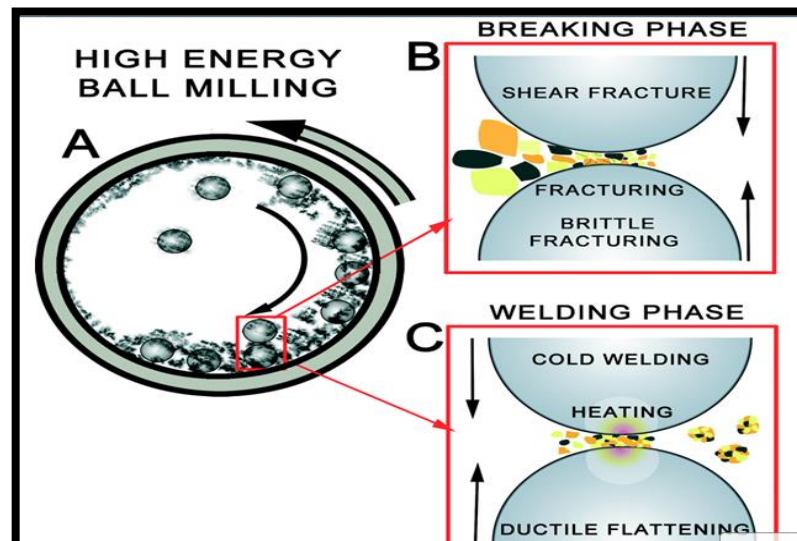
Saat dua bola bertumbukan ada serbuk dalam jumlah kecil yang terjebak di antara kedua bola tersebut, dan hal tersebut terjadi berulang-ulang, ilustrasinya dapat dilihat pada Gambar 5.



Gambar 5. Mekanisme Terjadinya Tumbukan
(Van Vlack, 2004)

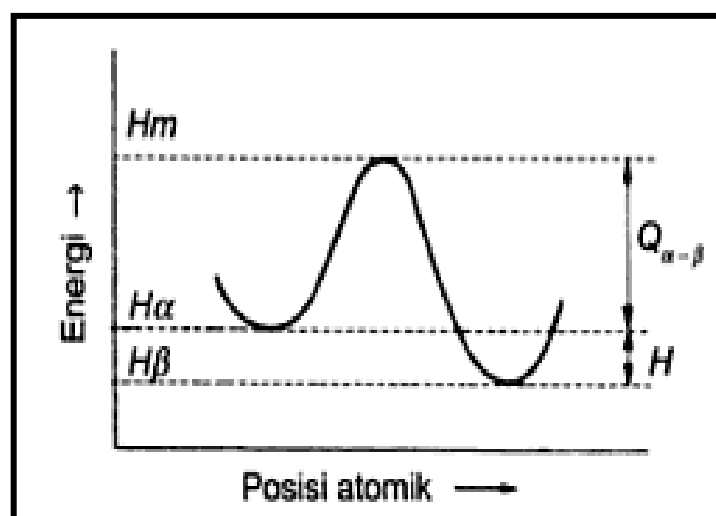
Selama proses *Mechanical Milling*, partikel campuran serbuk akan mengalami proses pengelasan dingin dan penghancuran berulang-ulang. Ketika bola saling bertumbukan sejumlah serbuk akan terjebak diantara kedua bola tersebut. Beban impak yang diberikan oleh bola tersebut akan membuat serbuk terdeformasi dan akhirnya hancur. Permukaan partikel serbuk campuran yang baru terbentuk memungkinkan terjadinya proses pengelasan dingin kembali antara sesama partikel sehingga membentuk partikel baru yang ukurannya lebih besar dari ukuran semula. Kemudian partikel tersebut akan kembali mengalami tumbukan dan akhirnya kembali hancur, begitu seterusnya hingga mencapai ukuran yang nano. Dalam proses *Mechanical Milling* sifat bahan juga berpengaruh terhadap hasil akhir. Berikut beberapa struktur yang berpengaruh terhadap variasi waktu *milling*.

Fasa adalah material yang memiliki struktur dan komposisi yang berbeda dari yang lainnya (Van Vlack, 2004). Perbedaan fasa yang terjadi tidak lepas dari pengaruh energi yang dimiliki atom-atom untuk proses difusi. Pada Gambar 6 dapat dilihat mekanisme pembentukan fasa.



Gambar 6. Mekanisme pembentukan fasa (Merupo, dkk, 2015)

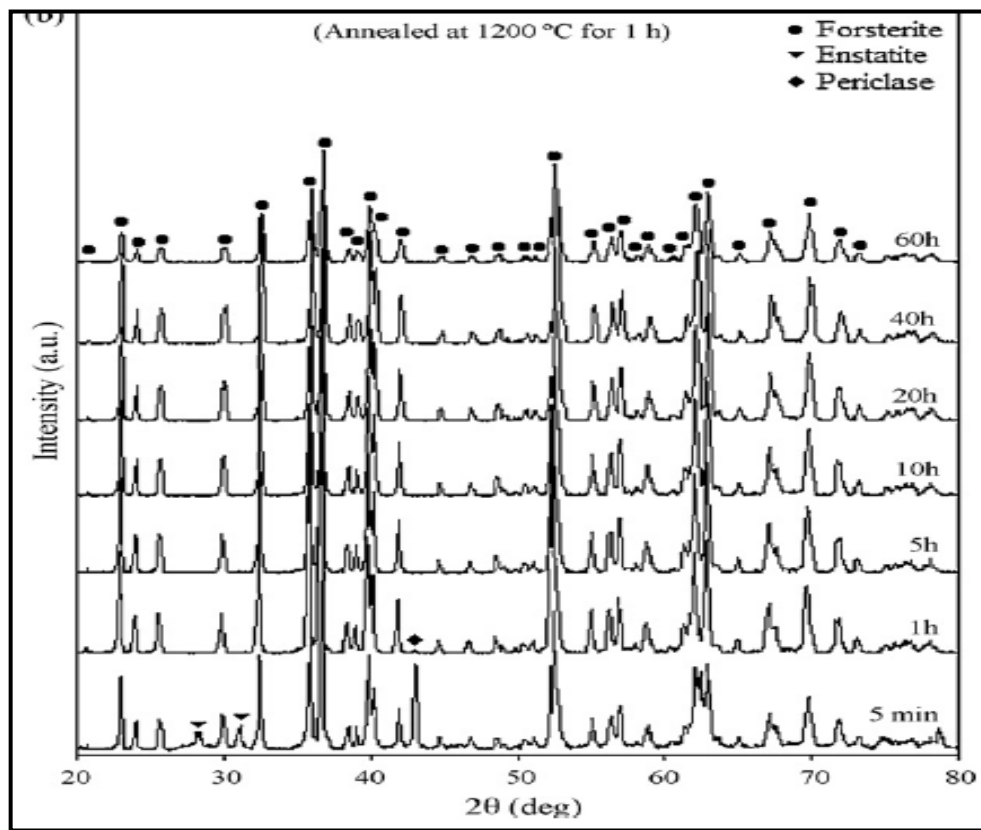
Gambar 7 dapat dilihat pada suatu level energi tertentu, atom-atom dapat saling menjauhi. Apabila suatu atom memiliki cukup energi untuk mendobrak ikatannya maka akan terjadi proses difusi (Van Vlack, 1995). Atom-atom yang berdifusi dapat berpindah dari suatu lokasi kisi-fasa α ke kisi fasa β . Perpindahan atom-atom ini dapat terjadi, apabila atom tersebut memiliki energi untuk melewati hambatan potensial seperti yang ditampilkan pada Gambar 7.



Gambar 7. Hambatan energi yang memisahkan keadaan structural (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 5 dapat diketahui bahwa untuk melewati hambatan potensial maka atom harus memiliki energi lebih besar dari energi $Q_{\alpha-\beta} = H_m - H_{\alpha}$ untuk pemanasan. 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. Apabila suatu material dipanaskan dengan laju pemanasan tetap dan memiliki energi yang cukup untuk difusi maka akan terjadi perubahan fisika seperti perubahan fasa (Smallman, 2000).

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan oleh Tavangarian (2009), pengaruh waktu *milling* terhadap struktur mikro nanopartikel dapat diketahui menggunakan alat *XRD*, pengaruh pencampuran *tal*c dan MgO kemudian diberikan variasi waktu *milling* dan kalsinasi dapat dilihat pada Gambar 8.



Gambar 8. pola difraksi sinar-X untuk pembuatan *forsterite* menggunakan proses mekanik (*ball mill*) dengan variasi waktu *milling* (5 menit- 60 jam).
(Tavangarian dan Emadi,2009)

Gambar 8 terlihat dengan adanya proses *milling* terhadap serbuk *talc* dan MgO menunjukkan penurunan intensitas puncak difraksi dan semakin lama serbuk diproses dengan *milling* maka intensitas puncak difraksi *enstatite* dan *periclase* turun secara signifikan sementara puncak difraksi *forsterit* semakin lebar. Proses *milling* terhadap serbuk *forsterite* menunjukkan peningkatan sudut puncak difraksi dan semakin lama serbuk grafit diproses dengan *milling* maka sudut puncak difraksi semakin besar. Terjadinya perubahan fasa menunjukkan ada perubahan struktur kristal dari sampel. Hasil aktivasi mekanik tidak adanya periklas dan enstatite pada pola XRD menunjukkan bahwa selama aktivasi mekanik, campuran bubuk

homogen dicapai. Hasil ini bertentangan penelitian sebelumnya yang melaporkan pembentukan *periklas* dan *enstatite* fase di produk akhir karena kurangnya homogenitas reaktan (Tavangarian dan Emadi,2009).

Tabel 5. Analisa data XRD hasil *milling* terhadap ukuran kristal dari magnesium (Mg)

Waktu milling (jam)	Ukuran Kristalin (nm)
0	33,39
1	47,14
4	49,27
8	63,94
16	44,15

(Sumber : Krisnawan, 2009)

Pada Tabel 5 terlihat ukuran kristal pada setiap fasa mengalami perubahan seiring bertambahnya waktu *milling*. Untuk waktu *milling* selama 0jam sampai dengan 8 jam ukuran kristalin dari magnesium semakin meningkat hal ini karena sampel mengalami aglomerasi yang disebabkan karena proses awal dari *milling*, partikel sampel paduan magnesium jenis AZ91D tersebut dipatahkan atau dipecah oleh bola-bola sehingga berukuran kecil kemudian terjadi pengelompokan sampai dengan waktu *milling* 8 jam. Hal ini terjadi akibat bubuk yang dipecah dan berukuran kecil terjadi pengompaksian yang akibatnya bubuk menyatu dan berakibat ukuran kristalin magnesium menjadi besar, akan tetapi pada waktu *milling* selama 16 jam ukuran kristalin dari magnesium menjadi mengecil kembali hal ini dikarenakan sampel paduan magnesium jenis AZ91D dengan variasi waktu *milling* selama 0 sehingga untuk waktu *milling* selama 16 jam bubuk mengalami

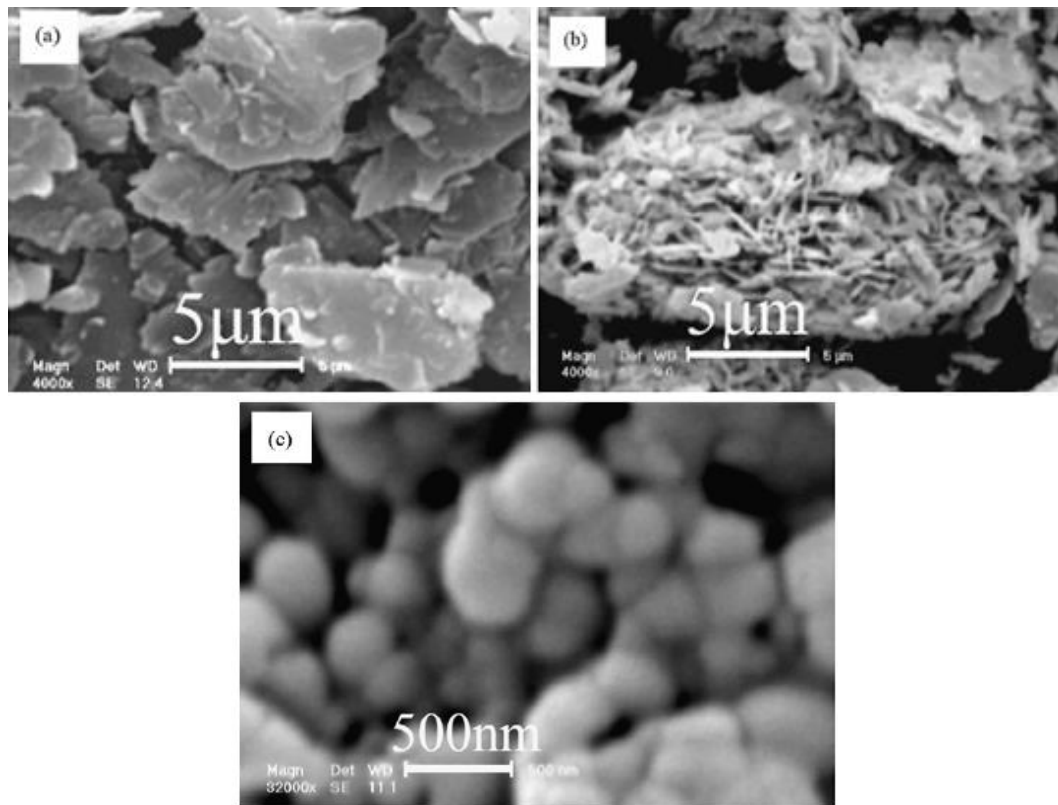
gaya tumbukan dengan bola-bola yang memiliki energi yang kuat sehingga bola-bola itu menjadi tergerus kembali dan menjadi berukuran kecil. Selain gaya tumbukan itu bubuk juga mengalami gaya lain seperti atrisi (*attrition*), gesekan (*shear*) dan kompresi. Sehingga pada waktu *milling* selama 16 jam unsur dari magnesium sudah mencapai titik perpatahan dan ukurannya kembali mengecil.

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

Waktu *milling* berpengaruh terhadap morfologi nanopartikel *forsterite*, semakin lama penggilingan terhadap sampel maka semakin *smooth* permukaan yang dihasilkan. Hal tersebut harus sesuai dengan waktu optimum *milling* yang dilakukan, jika *dimilling* dengan melebihi waktu *milling* optimum maka ukuran butir dari nanopartikel *forsterite* tersebut akan menjadi besar karena meningkatnya waktu *milling* akan mengakibatkan partikel tersebut akan beraglomerasi dengan partikel yang ada disekitarnya (Cheng, 2011).

Untuk mengetahui pengaruh waktu *milling* terhadap ukuran butir serta morfologi permukaan maka dilakukan karakterisasi menggunakan *Scanning Electron Microscope* (SEM). SEM merupakan instrumen yang sangat handal dalam melihat struktur permukaan material ataupun bahan dalam ukuran mikro.

Pengaruh waktu *milling* terhadap morfologi pada pembuatan *forsterite* dapat dilihat pada Gambar 9.



Gambar 9. Hasil pengamatan menggunakan SEM mulai dari pengamatan ; (a) *talc*, (b) *MgO*, dan *forsterit* yang diperoleh setelah aktivitas mekanik menggunakan *ball mill* 60 jam (Tavangarian dan Emadi, 2009).

Gambar 9 menunjukkan hasil pengamatan SEM dari awal *talc* dan fase tunggal bubuk *nanokristalin forsterit* disiapkan selama 60 jam aktivitas mekanik dengan kalsinasi pada 1200 °C. Gambar 15a terlihat *talc* memiliki bentuk pipih dengan partikel rata-rata ukuran sekitar 20 mm. Sedangkan pada Gambar 15b *MgO* bubuk berbentuk jarum dengan diameter partikel rata-rata sekitar 5 mm, sedangkan Gambar 15c terlihat, bubuk *forsterite* dibuat oleh 60 jam aktivasi mekanik dengan berikutnya dianneling pada temperature 1200°C didapatkan distribusi seragam ukuran partikel yang kurang dari 500 nm, untuk mendapatkan *nanopartikel forsterite* yang berkualitas tergantung pada waktu *milling* (Tavangarian dan Emadi, 2009).

J. Penggilingan Mekanik dengan Alat HEM-E3D

Penggilingan mekanik adalah suatu proses penggilingan bola dimana suatu serbuk yang ditempatkan dalam suatu wadah penggilingan digiling dengan cara dikenai benturan bola-bola berenergi tinggi. Metode penggilingan mekanik ini dipilih karena metode ini disamping memiliki beberapa keunggulan untuk skala komersial, diantaranya metode ini sangat sederhana, murah dan produk yang dihasilkan sangat kecil sehingga sangat efektif untuk kapasitas yang relatif besar, juga merupakan metode pencampuran yang dapat menghasilkan produk yang sangat homogen (Tavangarian & Emadi, 2009). Proses *milling* dilakukan bertujuan disamping akan memperoleh campuran yang homogeny juga dapat memperoleh partikel campuran yang relatif kecil serta dapat menghasilkan *forsterite* melalui proses mekanik menggunakan *ball mill*.

1. Komponen Pada Proses Penggilingan

Proses penggilingan ada empat komponen penting yang harus diperhatikan, yaitu: bahan baku, bola giling, wadah penggilingan dan alat penggiling bola.

a. Bahan Baku

Bahan baku yang digunakan dalam proses penggilingan adalah serbuk. Ukuran serbuk yang digunakan umumnya berkisar antara 1 μm – 200 μm . Semakin kecil ukuran partikel serbuk yang digunakan, maka proses penggilingan akan semakin efektif dan efisien. Selain itu serbuk yang digunakan juga harus memiliki kemurnian yang tinggi (Suryanarayana, 2001).

b. Bola Gilling

Fungsi bola gilling dalam proses penggilingan adalah sebagai penghancur campuran serbuk, Oleh karena itu, material pembentuk bola gilling harus memiliki kekerasan yang sangat tinggi agar tidak terjadi kontaminasi saat terjadi benturan dan gesekan antara serbuk, bola dan wadah penggilingan. Material yang dapat digunakan untuk melakukan proses tersebut antara lain: baja tahan karat, baja karbon, baja perkakas, dan baja kromium.

Untuk ukuran bola yang dapat digunakan dalam proses penggilingan bermacam-macam. Pemilihan ukuran bola bergantung pada ukuran serbuk yang akan dipadu (Suryanarayana, 2001). Bola yang akan digunakan harus memiliki diameter yang lebih besar dibandingkan dengan diameter serbuknya.

c. Wadah Penggilingan

Wadah penggilingan merupakan media yang digunakan untuk menahan gerakan bola-bola giling dan serbuk ketika proses penggilingan berlangsung, akibat yang ditimbulkan dari proses penahanan gerak bola-bola giling dan serbuk tersebut adalah terjadinya benturan antara bola-bola giling, serbuk dan wadah penggilingan sehingga menyebabkan terjadinya proses penghancuran serbuk (Suryanarayana, 2001).

Material yang digunakan sebagai wadah penggilingan sama dengan material serbuk yang akan digiling, maka proses penghancuran serbuk tidak akan efektif dan efisien karena kedua material tersebut memiliki kekerasan yang sama. Sedangkan jika kedua material tersebut memiliki kekerasan yang berbeda, maka akan terjadi kontaminasi pada material serbuk yang akan digiling.

Menghindari terjadinya kontaminasi serbuk akibat benturan yang terjadi selama proses penggilingan berlangsung, maka material yang digunakan sebagai wadah harus memiliki kekerasan yang lebih tinggi dibandingkan dengan kekerasan material serbuknya. Material yang dapat digunakan sebagai wadah penggilingan antara lain: baja perkakas, baja kromium, dan baja tahan karat (L. Lu, 1998).

Kontaminasi serbuk juga dapat terjadi akibat perbedaan jenis material yang digunakan sebagai wadah penggilingan dan bola penggiling. Menghindari hal ini material wadah penggilingan dan bola penggiling yang digunakan terbuat dari jenis material yang sama, jika menggunakan jenis material yang berbeda usahakan kekerasan kedua material tersebut tidak jauh berbeda.

d. Alat Penggiling Bola

Ada beberapa jenis alat penggiling bola dapat digunakan untuk melakukan proses penggilingan, antara lain: *Planetary ball mill*, *conventional horizontal ball mill*, *horizontal ball mill controlled by magnetic force*, *attritor mill* dan *shaker ball mill* (L. Lu, 1998).

Alat-alat penggiling bola tersebut terus dikembangkan untuk meningkatkan keefektifan dan efisiensinya dalam proses penggilingan. HEM-3D merupakan salah satu jenis *shaker ball mill*, merupakan generasi termutakhir alat penggiling bola yang dapat melakukan proses penggilingan dengan tingkat efektifitas dan efisiensi yang tinggi.

2. HEM-E3D

HEM-E3D adalah singkatan dari *High Energy Milling Elips 3 Dimentions*. HEM-E3D merupakan alat penggiling bola yang digunakan untuk melakukan proses penggilingan serbuk berskala kecil dalam laboratorium. Spesifikasi HEM-E3D tampak pada Tabel 6.

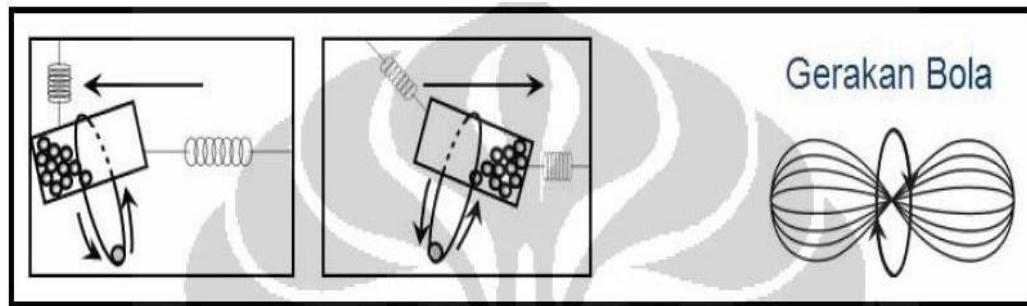
Tabel 6. SpesifikasiHEM-E3D

Spesifikasi	Nilai
Dimensi	75 cm x 60 cm x 40cm
Berat	63 kg (tanpa wadahpenggilingan)
SumberDaya	380 volt
DayaMotor	0,5PK
KecepatanMotor	0rpm – 500rpm

(Sumber: Nanotech Indonesia)

3. Prinsip kerja HEM-E3D

Proses penggilingan HEM-E3D bekerja dengan cara menghancurkan campuran serbuk melalui mekanisme pembenturan bola-bola giling yang bergerak mengikuti pola gerakan wadahnya yang berbentuk *elips* tiga dimensi inilah yang memungkinkan pembentukan partikel-partikel serbuk berskala nanometer akibat tingginya frekuensi tumbukan. Tingginya frekuensi tumbukan yang terjadi antara campuran serbuk dengan bola-bola giling disebabkan karena wadah yang berputar dengan kecepatan tinggi, yaitu mencapai 500 rpm, dan bentuk bola gerakan yang berbentuk *elips* tiga dimensi tersebut. Prinsip kerja HEM-E3D tampak pada Gambar 10.



Gambar 10. Prinsip kerja HEM-E3D (Nurul, 2007).

4. Parameter Proses Pada Saat Penggilingan

Parameter proses yang harus diperhatikan pada proses penggilingan antara lain: kecepatan dan waktu penggilingan, perbandingan berat bola terhadap berat serbuk, volume pengisian wadah penggilingan, atmosfer penggilingan *process control agent* dan temperatur penggilingan.

a. Percepatan dan WaktuPenggilingan

Semakin cepat proses penggilingan, maka semakin cepat pula proses penghancuran campuran serbuk. Namun jika kecepatan penggilingan terlalu tinggi, maka temperatur komponen-komponen pada proses penggilingan akan meningkat (Suryanarayana, 2001).

b. Perbandingan Berat Bola Terhadap Berat Serbuk

Skala kecil atau laboratorium, umumnya perbandingan bola terhadap berat serbuk yang digunakan sekitar 10:1, 10 gr bola dan 1 gram serbuk, sedangkan untuk skala besar atau industri, jumlah perbandingan berat bola terhadap berat serbuk yang digunakan dapat mencapai 100:1. Apabila semakin tinggi jumlah

perbandingan berat bola terhadap berat serbuk yang digunakan, maka frekuensi benturan juga semakin singkat (Suryanarayana, 2001).

5. Proses Penggilingan

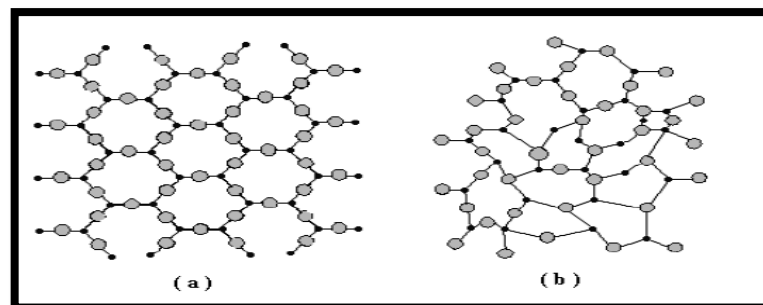
Proses penggilingan dilakukan dengan menggunakan *High Energy Milling– Ellips 3 Dimention* (HEM-E3D) buatan Laboraturium Material Lanjut dan Nanoteknologi Pusat Penelitian Fisika Lembaga Ilmu Pengetahuan Indonesia. Wadah penggilingan yang digunakan terbuat dari baja kromium, sedangkan bola giling yang digunakan terbuat dari besi baja. Ukuran bola giling yang digunakan yaitu bola giling kecil berdiameter 5 mm dengan berat 0,5 gram. Perbandingan antara berat bola giling terhadap berat serbuk dalam wadah penggiling yang digunakan sebesar 10:1. Berat bola giling adalah 150 gram sedangkan jumlah serbuk adalah 15 gram. Proses penggilingan dilakukan dalam udara.

K. Kristalografi

1. Kristal

Semua logam, keramik, dan beberapa polimer tertentu berkristalisasi ketika memadat. Kristal mempunyai perioditas sehingga menghasilkan tatanan rentang-panjang yaitu memiliki susunan atomik lokal berulang dengan interval yang teratur jutaan kali dalam ketiga dimensi ruang (Van Vlack, 2004).

Ditinjau dari struktur atom penyusunnya, bahan padat dibedakan menjadi tiga yaitu kristal tunggal (*monocrystal*), polikristal (*polycrystal*), dan *amorf* (Smallman, 2000). Pada kristal tunggal, atom atau penyusunnya mempunyai struktur tetap karena atom-atom atau molekul-molekul penyusunnya tersusun secara teratur dalam pola tiga dimensi yang berulang secara periodik dalam rentang yang panjang tak berhingga. Sedangkan polikristal merupakan kumpulan dari kristal-kristal tunggal yang memiliki ukuran sangat kecil dan saling menumpuk yang membentuk benda padat. Struktur *amorf* menyerupai pola hampir sama dengan kristal, akan tetapi pola susunan atom-atom, ion-ion atau molekul-molekul yang dimiliki tidak teratur (Smallman, 2000). Susunan atom yang berbeda antara kristal dan *amorf* ditunjukkan pada Gambar 4.

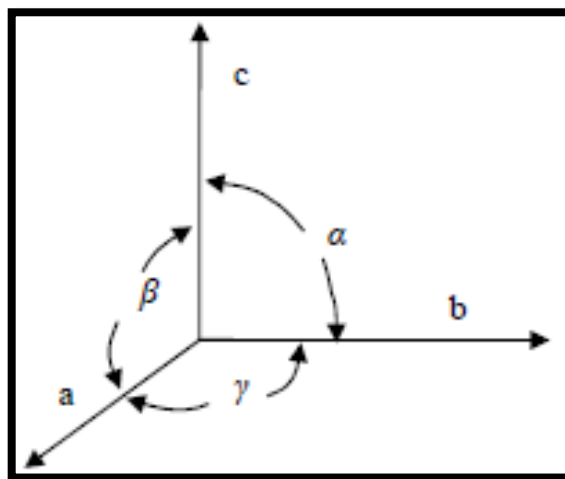


Gambar 11. (a). Susunan atom kristal. (b). Susunan atom amorf
(Smallman, 2000)

2. Struktur Kristal

Suatu zat padat dikatakan memiliki struktur kristal apabila atom, ion, atau molekul teratur dan periodik dalam rentang yang panjang dalam kristal (Parno, 2006). Perpanjangan dari koordinasi-koordinasi atomik (ionik) dalam dimensi ketiga ini menghasilkan peridositas rentang panjang yang khas.

Struktur kristal dapat dinyatakan sebagai posisi tertentu sebuah atom dalam unit sel. Unit sel merupakan atom atau ion dari suatu volume berukuran kecil. Semua sel satuan di dalam kristal identik. Suatu kristal terdiri dari jutaan atom yang dapat dinyatakan dengan ukuran, bentuk, dan susunan sel satuan dengan pola pengulangan yang menjadi ciri khas dari suatu kristal. Sumbu-sumbu a , b , dan c adalah sumbu-sumbu yang dikaitkan dengan parameter kisi kristal. Sudut α , β , dan γ merupakan sudut antara sumbu-sumbu referensi kristal (Van Vlack, 2004). Gambar 12 memperlihatkan sumbu dan sudut antara sumbu kristal.



Gambar 12. Sumbu dan sudut antar sumbu kristal (Van Vlack, 2004)

3. Sistem Kristal

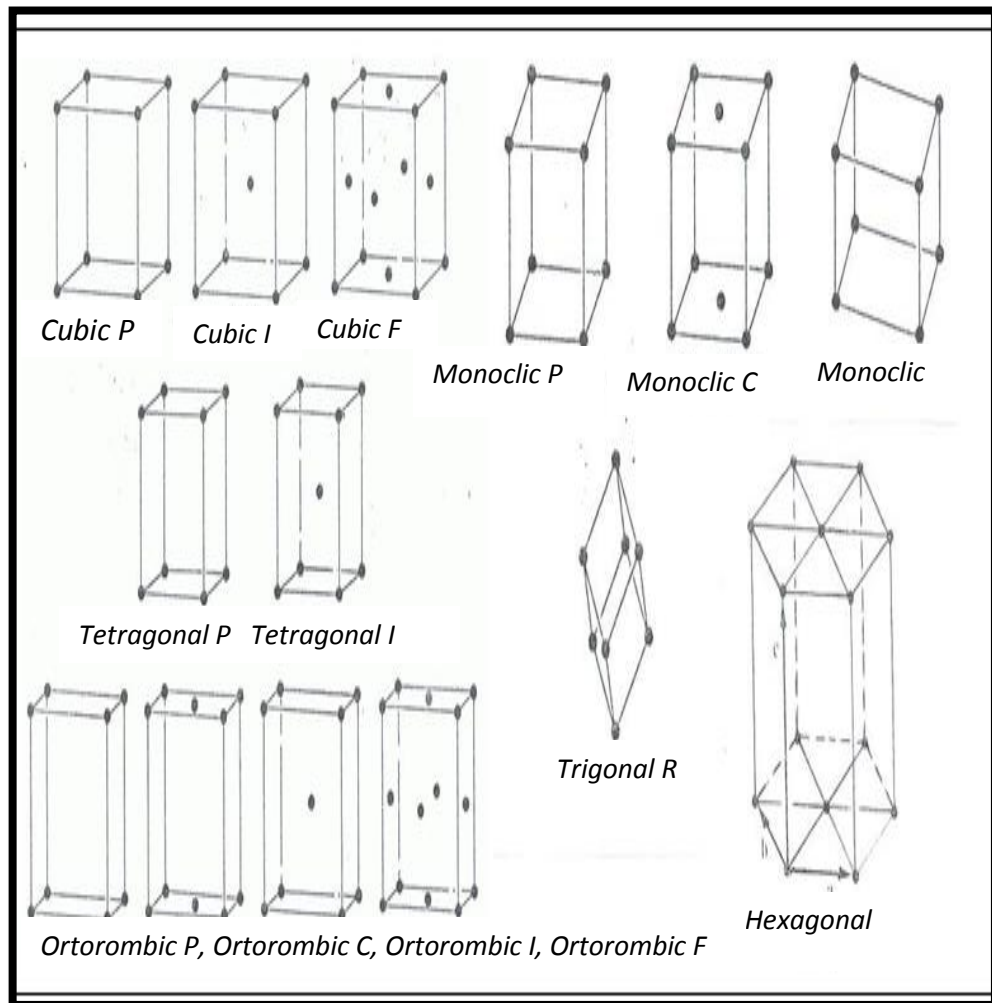
Setiap atom dalam kristal dianggap suatu titik, tepat pada kedudukan setimbang tiap atom di dalam ruang. Pola geometrik yang diperoleh dinamakan kisi kristal. Periodisitas tiga dimensional yang merupakan karakteristik kristal dapat menggunakan beberapa geometri yang berbeda. Ada dua jenis kisi yaitu kisi *Bravais* dan *non Bravais*. *Kisi Bravais* dimana seluruh titik kisinya *ekivalen*, artinya kisi bersifat invarian terhadap operasi simetri translasi dengan demikian, semua atom dalam kristal haruslah sejenis, sedangkan dalam kisi *non Bravais* terdapat beberapa titik kisi yang tidak *ekivalen* (Parno, 2006).

Berdasarkan parameter kisi, maka variasi sudut aksial dan variasi ukuran relatif dari dimensi a , b , c akan menghasilkan tujuh sistem kristal yang tercantum pada Tabel 7.

Tabel 7. Tujuh sistem kristal dan empat belas kisi *Bravais* (Van Vlack, 2004)

No	Sistem Kristal	Parameter Kisi	Kisi <i>Bravais</i>	Simbol
1	Kubik	$a = b = c$ $\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$	Simpel Pusat badan Pusat muka	P I C
2	Monoklinik	$a \neq b \neq c$ $\alpha = \beta = 90^\circ \neq \gamma$	Simpel Pusat Dasar	
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 Pusat Badan	P I
5	Orthorombik	$a \neq b \neq c$ $\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$	Simpel Pusat Dasar Pusat Badan Pusat Muka	P C I F
6	Trigonal/Rhombohedral	$a = b = c$ $\alpha = \beta = 90^\circ, \gamma = 120^\circ$	Simpel	P
7	Hexagonal/Rhombohedral	$a = b \neq c$ $\alpha = \beta = 90^\circ, \gamma = 120^\circ$	Simpel	P

Sesuai dengan ketujuh sistem yang ada pada Tabel 7, terdapat 14 sistem *Bravais* yang diperlihatkan pada Gambar 13.

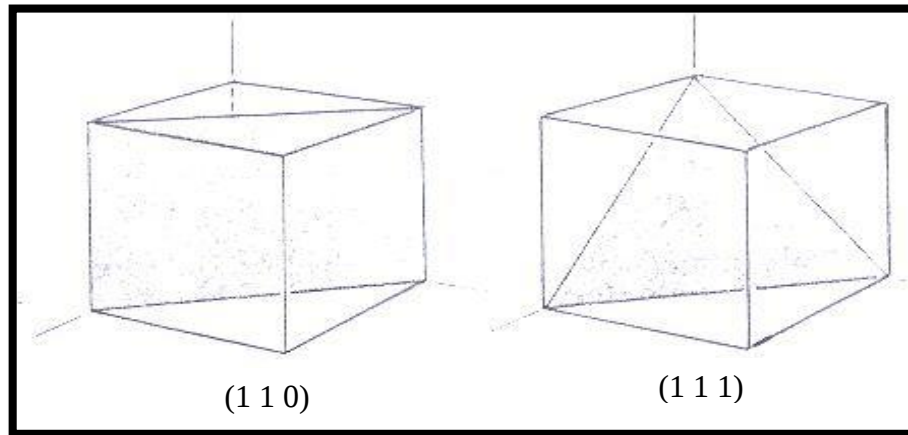


Gambar 13. Empat belas kisi *Bravais* (Parno, 2006)

Tabel 7 dan Gambar 13 memperlihatkan 7 sistem kristal dan 14 kisi *Bravais*. Tujuh sistem kristal tersebut antara lain kubik, monoklinik, triklinik, tetragonal, orthorombik, rhombohedral, dan hexagonal.

4. Bidang Kristal

Suatu kristal memiliki beberapa bidang atom yang akan mempengaruhi sifat dan perilaku material, sehingga bermanfaat untuk mengidentifikasi berbagai bidang dalam kristal. Gambar 14 memperlihatkan sebuah bidang kristal.



Gambar 14. Bidang kristal dengan *indeks miller* (Parno, 2006)

Gambar 14 merupakan bidang kristal dengan diberi tanda (110) dan (111). Baik bidang, maupun arah bidang dapat dinyatakan dalam 3 angka yang disebut dengan *indeks miller*, untuk membedakannya maka :

- 1) Untuk arah bidang digunakan simbol atau lambang $[h\ k\ l]$.
- 2) Untuk bidang kristal digunakan lambang $(h\ k\ l)$

Bidang kisi yang paling mudah digambarkan adalah bidang-bidang yang membatasi sel satuan di samping bidang lainnya.

Indeks miller merupakan kebalikan dari ketiga perpotongan antara bidang dengan sumbu, tanpa pecahan dan tanpa kelipatan yang sama (Van Vlack, 2004).

5. Faktor Struktur

Menentukan intensitas hamburan oleh struktur atom, maka digunakan faktor struktur. Dalam menentukan faktor struktur maka harus ditentukan terlebih dahulu intensitas yang dihamburkan oleh satu atom. Faktor struktur merupakan penjumlahan dari gelombang yang terhambur oleh tiap partikel. Sehingga dapat disimpulkan :

$$F_{hkl} = \sum_1^N f_n e^{2\pi i (hu + kv + lw)} \quad (1)$$

Keterangan:

f : faktor hamburan

F : faktor struktur

N : jumlah gelombang terhambur

h,k,l : bidang kristal

u,v,w : koordinat atom

Faktor struktur (F) merupakan pengaruh struktur kristal pada intensitas berkas yang didifraksikan (Cullity, 1956). Faktor struktur akan menentukan intensitas yang muncul pada difraktogram yang berperan penting dalam menentukan karakteristik dari kisi kristal. Dimana intensitas yang muncul sebanding dengan faktor struktur. Hal ini sesuai dengan Persamaan 2.

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

I adalah intensitas, f adalah faktor struktur, p adalah faktor multiplisitas dan θ adalah sudut *Bragg* (Cullity, 1956). Nilai faktor struktur bergantung pada arah difraksi. Kisi kristal memiliki faktor struktur yang berbeda seperti :

a. Faktor struktur pada simpel kubik (*simple cubic*)

Simplest cubic adalah sebuah bagian sel yang hanya memiliki satu atom asli, yang mempunyai fraksi koordinat 0 0 0. Sehingga faktor strukturnya :

$$F = f e^{2\pi i(0)} = f \text{ sehingga } F^2 = f^2 \quad (3)$$

Artinya intensitas selalu muncul pada sembarang nilai hkl .

b. Faktor struktur pada sel kubik pusat badan (*simple cubic*)

Sel ini mempunyai dua atom yang sejenis berada pada 0 0 0 dan $\frac{1}{2} \frac{1}{2} \frac{1}{2}$, sehingga faktor strukturnya :

$$F = fe^{2\pi i(0)} + fe^{2\pi i(\frac{h}{2} + \frac{k}{2} + \frac{l}{2})} = f[1 + fe^{\pi i(h+k+l)}] \quad (4)$$

Ketika $(h+k+l)$ genap maka $F=2f$ dan $F^2=4f^2$, tapi saat $(h+k+l)$ ganjil maka $F=0$ dan $F^2=0$. Artinya, intensitas muncul jika nilai $h+k+l$ bilangan ganjil, dan intensitas tidak muncul pada $h+k+l$ bilangan genap.

c. Faktor struktur pada sel kubik pusat muka (*simple cubic*)

Sel ini berisi empat atom sejenis berada pada 000 , $\frac{1}{2} \frac{1}{2} 0$, $\frac{1}{2} \frac{1}{2} 0$, dan $0 \frac{1}{2} \frac{1}{2}$, sehingga memiliki faktor struktur :

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

$$F = 1 + fe^{\pi i(h+k)} + fe^{\pi i(h+l)} + fe^{\pi i(k+l)} \quad (5)$$

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 :

$$F=4f$$

$$F^2=16f^2 \quad (6)$$

jika h , k , dan l tidak sama, maka jumlah dari tiga eksponensial adalah -1, baik dua dari indeks ganjil dan satu genap atau dua genap dan satu ganjil. Sebagai contoh h dan l genap dan k ganjil, misalnya 012. Sebagai contoh h dan l ganjil, dan k ganjil. Maka :

$$F=0$$

$$F^2=0 \quad (7)$$

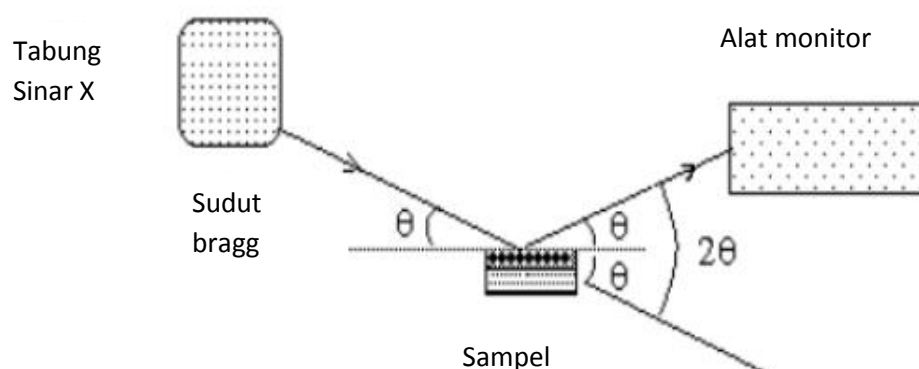
Artinya, intensitas muncul jika $h+k+l$ semua ganjil atau genap, dan intensitas tidak muncul ketika $h+k+l$ campuran ganjil dan genap.

L. X-Ray Diffraction (XRD)

1. Sinar-X

Sinar-X adalah gelombang elektromagnetik yang memiliki frekuensi tinggi panjang gelombang 1 Amstrong (10^{-10} m). Sinar-x ditemukan oleh Wilhelm Konred Roentgent pada tahun 1895 di Universitas Worzburg jerman di tempat ini pada tanggal 8 November 1895, ia mendapatkan bahwa sehelai kertas yang dilapisi barium *platinocyanide* berkilau jika ia menghidupkan tabung sinar katode di dekatnya, walaupun tabung itu ditutup dengan papan hitam.

Tabung katode elektron dipercepat dalam vakum oleh medan listrik. Tumbukan elektron dengan gelas pada ujung tabung inilah yang menimbulkan Sinar-X (dinamai x karena sifatnya belum diketahui) yang mempunyai daya tembus yang menimbulkan kilauan pada garam tersebut. Setelah penemuan itu, sinar-x digunakan secara meluas dalam bidang kedokteran dan merangsang penelitian dalam arah baru (Arthur Beiser, 1987). Skema difraktometer sinar-x dapat dilihat pada Gambar 15.

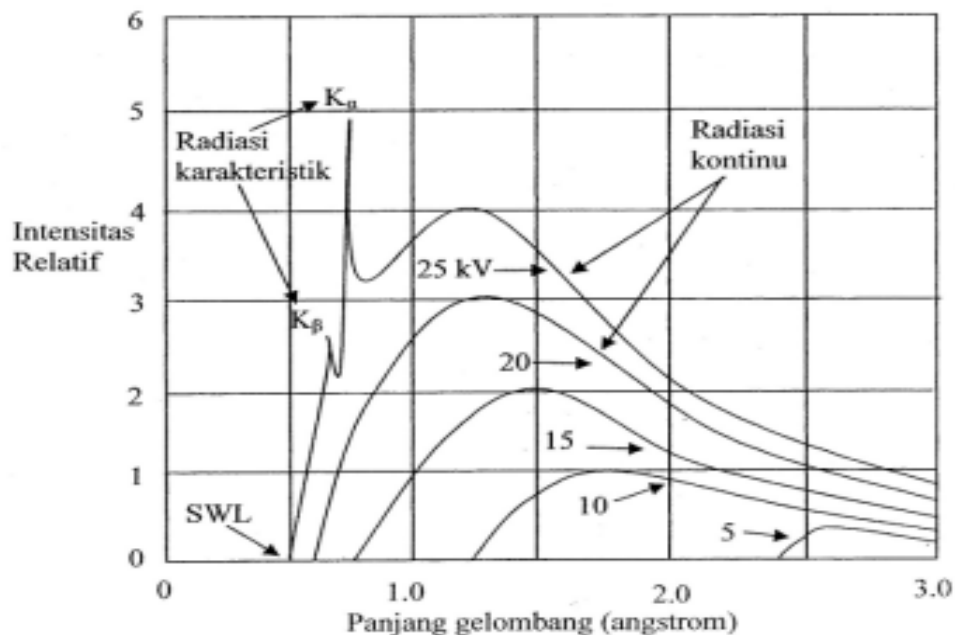


Gambar 15. Skema difraktometer Sinar-X (Cullity,1956)

Gambar 15 Sinar-X dihasilkan di dalam suatu tabung sinar katode dengan pemanasan kawat pijar untuk menghasilkan elektron-elektron, kemudian elektron-elektron tersebut dipercepat terhadap suatu target (anoda) dengan memberikan suatu voltase (sumber tegangan yang normal digunakan adalah 30-50 kV), dan menembak target dengan elektron, ketika elektron mempunyai energi yang cukup untuk mengeluarkan elektron-elektron dalam target. Karakteristik spektrum sinar-x dihasilkan, menurut Cillity (1956) dalam tabung sinar-x harus terdiri beberapa komponen utama yaitu: sebuah sumber elektron (katoda), sebuah tegangan tinggi untuk mempercepat elektron dan logam target (anoda).

Ada dua cara utama untuk memproduksi Sinar-X. Cara pertama adalah dengan memberikan percepatan kepada partikel bermuatan listrik. Partikel yang bermuatan listrik yang dipercepat akan memancarkan gelombang elektromagnetik, peristiwa ini disebut *bremmstrahlung*. Panjang gelombang yang dipancarkan dalam peristiwa ini bermacam-macam, tetapi ada panjang gelombang minimum (frekuensi maksimum) yang dapat dihasilkan. Nilai ini bergantung pada energi partikel yang dipercepat (Abdullah, 2008).

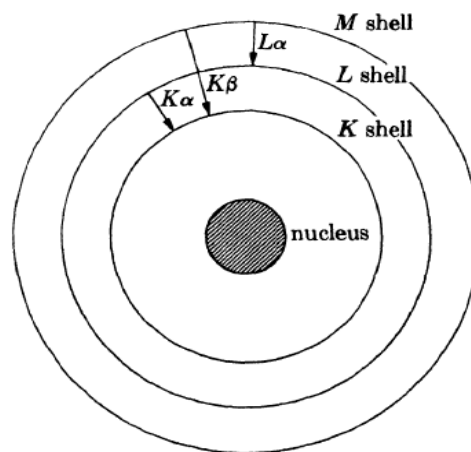
Teori elektromagnetik klasik meramalkan timbulnya *bremstrahlung* (radiasi pengereman) ketika elektron dipercepat, sehingga dapat menjelaskan sinar x yang terpancar ketika elektron dipercepat terhenti pada target dalam tabung Sinar-X (Beiser, 1987). Pada Gambar 16 adalah gambar spektrum radiasi Sinar-X.



Gambar 16. Spektrum Sinar-X molybdenum (Cullity, 1956)

Gambar 16 memperlihatkan jenis kurva yang diperoleh dari spektrum Sinar-X. Intensitas nol sampai panjang gelombang tertentu disebut dengan *short-wavelength limit* (λ_{SWL}) meningkat dengan cepat menuju maksimum dan kemudian menurun, dengan tanpa batas yang tajam untuk setiap panjang gelombang (Cullity, 1956). Radiasi yang dipancarkan oleh Sinar-X dibagi menjadi dua komponen, yaitu spektrum kontinu dan spektrum garis. Spektrum kontinu mempunyai jarak panjang gelombang yang lebar sedangkan spektrum garis merupakan karakteristik dari logam yang ditembak (Smallman, 2000). Spektrum Sinar-X kontinu diakibatkan perlambatan elektron dengan cepat ketika mengenai target atau dikenal dengan peristiwa *bremsstrahlung*. Sedangkan spektrum karakteristik terjadi apabila elektron terakselerasi mempunyai cukup energi untuk mengeluarkan satu elektron dalam dari kulitnya.

Proses *bremmstrahlung* cara yang kedua untuk menghasilkan Sinar-X adalah melalui transisi elektron antar kulit atom logam masa menengah. Atom-atom dengan nomor atom sekitar 28-30 seperti tembaga memiliki tingkat-tingkat energi elektron sedemikian sehingga beda energi antar tingkat berdekatan sama dengan energi foton Sinar-X. Sifat tingkat energi yang demikian menjadikan material logam dari unsur tersebut dimanfaatkan untuk menghasilkan Sinar-X (Abdullah, 2008). Gambar 17 berikut ini adalah transisi elektron yang terjadi saat radiasi.



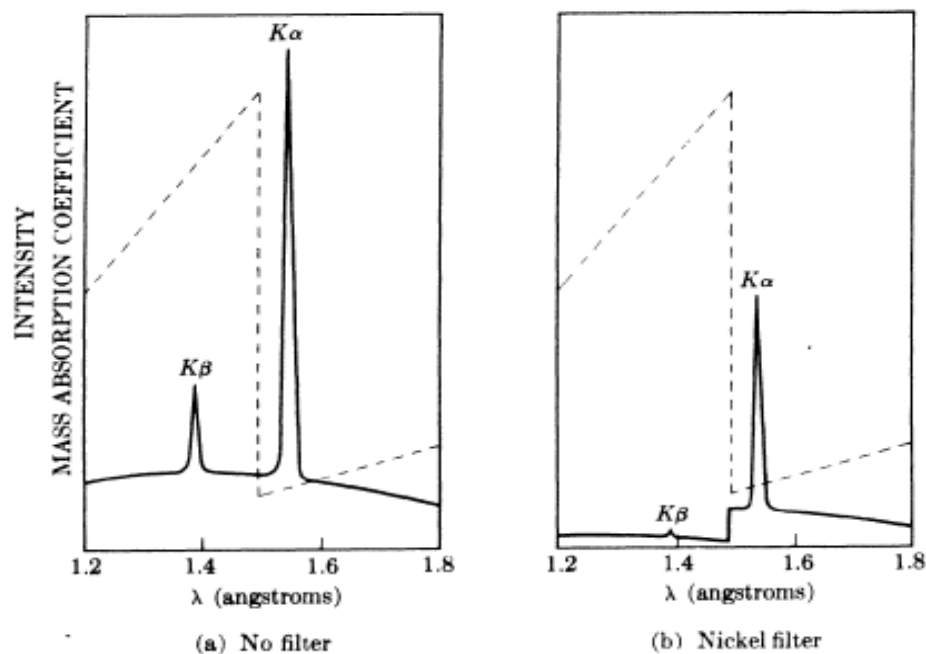
Gambar 17. Transisi elektron (Cullity,1956)

Gambar 17 menampilkan apabila elektron mengalami transisi dari kulit yang berdekatan misalnya dari kulit L ke kulit K maka radiasi emisi ini disebut radiasi $K\alpha$ sedangkan bila elektron mengalami transisi dari kulit M ke kulit K maka radiasi emisinya disebut radiasi $K\beta$.

Sinar-X diperlukan dalam penggunaan pada cahaya monokromatik, namun pada kenyataannya eksitasi $K\alpha$ dan $K\beta$ muncul bersama-sama, ketika sinar-X dilewatkan pada bahan maka Sinar-X tersebut akan ditransmisikan dan ada yang diabsorpsi sesuai dengan persamaan:

$$I_x = I_0 e^{-\mu x} \quad (8)$$

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. Gambar 18 merupakan perbandingan reaksi Cu menggunakan filter dan tanpa filter.



Gambar 18. Perbandingan radiasi Cu dengan filter dan tanpa filter (Cullity, 1956)

Gambar 18 menunjukkan radiasi yang keluar dari Pembangkit Sinar-X, tidak hanya radiasi $K\alpha$ yang kuat tetapi juga ada radiasi $K\beta$ yang lemah dan spektrum 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 (Cullity, 1956).

2. Proses *X-ray Diffraction* (XRD)

Difraksi sinar-X oleh sebuah material terjadi akibat dua fenomena:

- a. Hamburan oleh tiap atom.
- b. Interferensi gelombang-gelombang oleh tiap atom-atom tersebut.

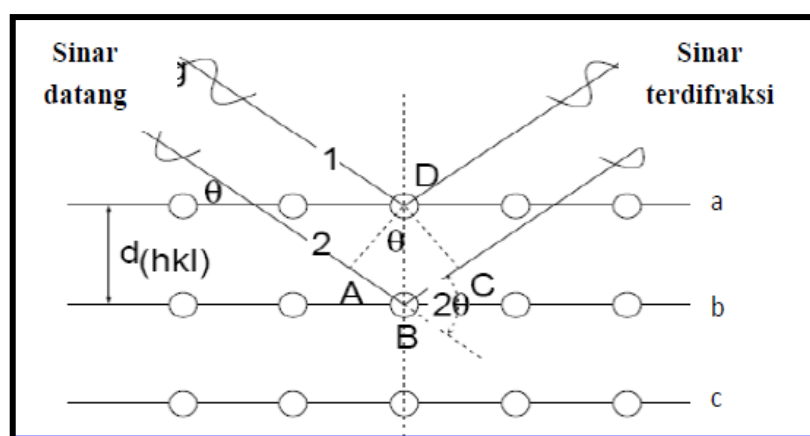
Interferensi ini terjadi karena gelombang-gelombang yang dihamburkan oleh atom memiliki koherensi dengan gelombang datang dan demikian pula dengan mereka sendiri.

Menurut Cullity (1956), Metode *Diffraction* bisa terjadi ketika Hukum $Bragg\lambda = 2d \sin \theta$ terpenuhi. Persamaan ini menaruhkan kondisi yang sangat kuat pada panjang gelombang (λ) dan sudut (θ) untuk beberapa kristal yang disajikan. *X-Ray Diffraction* merupakan suatu teknik yang digunakan untuk mengidentifikasi adanya fasa kristalin di dalam material-material benda dan serbuk untuk menganalisis sifat-sifat struktur kristal. Metode ini menggunakan sebuah Sinar-X yang terdifraksi seperti sinar yang direfleksikan dari setiap bidang, berturut-turut dibentuk oleh atom-atom kristal dari material tersebut. Dengan berbagai sudut timbul yang digunakan, pola difraksi yang terbentuk menyatakan karakteristik dari sampel. Susunan ini diidentifikasi dengan membandingkannya dengan sebuah *database* internasional

Struktur material baik kristal maupun nonkristal akan dapat diketahui dengan menggunakan *X-Ray Diffraction* atau difraksi Sinar-X. Difraksi Sinar-X merupakan salah satu teknik yang biasa digunakan dalam mengkarakterisasi

material dan penentuan jenis mineral pada material. Sebab difraksi adalah penyebaran atau pembelokan gelombang pada saat gelombang ini melintas melalui bukaan atau mengelilingi ujung penghalang. Difraksi Sinar-X merupakan ukuran panjang gelombang Sinar-X yang tidak berbeda jauh dengan jarak antar atom di dalam sebagian kristal, dan pola berulang kisi kristal berfungsi seolah-olah seperti kisi difraksi untuk Sinar-X dalam sebuah spektrometer.

Teknik difraksi Sinar-X dapat digunakan untuk analisis kualitatif karena setiap unsur atau senyawa mempunyai pola difraksi tertentu, dengan demikian jika pola unsur atau senyawa tersebut diketahui, maka unsur atau senyawa tersebut dapat diidentifikasi. Hasil difraksi serbuk dengan difraktometer adalah berupa pola difraksi yang berisi data intensitas dan sudut difraksinya. Jarak antar bidang dapat dihitung dengan Hukum *Bragg*. Karena sangat banyak sekali unsur atau senyawa anorganik yang telah ditemukan, maka pola-pola difraksinya telah tersedia dan telah dikelompokkan. Skema proses difraksi dapat dilihat pada Gambar 19.



Gambar 19. Difraksi bidang kisi (Arthur Beiser, 1992)

Gambar 19 menunjukkan bila seberkas Sinar-X (dengan panjang gelombang adalah λ) tiba pada sebuah permukaan kristal yang lapisan atom-atom atau ionnya terpisahkan sejauh d . Jarak tegak lurus untuk masing-masing bidang (d) adalah sama, sebab bidang-bidang yang sejajar pada kristal memiliki *indeks miller* yang sama. Panjang jarak antar sektor AA' dan BB' untuk setiap sinar tampak dibedakan dengan nilai yang diketahui dan dijadikan sebagai kelipatan (n) dari panjang gelombang (λ), sehingga jarak tempuh dari sinar datang yang saling menguatkan yang karena fasanya sama adalah :

$$\delta = n\lambda \quad (9)$$

Atom w yang terdapat pada kristal akan menghamburkan seberkas Sinar-X yang datang menumbuk suatu material kristal, kemudian sinar datang berikutnya akan dihamburkan oleh atom y dalam proses penghamburan sinar ini harus menempuh jarak sepanjang $xy + yz$, sehingga panjang jarak tempuh sinar datang ini dapat dirumuskan menjadi:

$$\delta = xy + yz = 2 yz \quad (10)$$

dengan menggunakan perumusan trigonometri dasar didapatkan bahwa:

$$yz = wy \sin \theta \quad (11)$$

$wy = d$, sehingga persamaan (10) menjadi

$$xy + yz = 2 d \sin \theta \quad (12)$$

persamaan (9) telah diketahui bahwa jarak tempuh sinar datang adalah $\delta = n\lambda$, maka persamaan (9) dapat dikonversikan dengan persamaan (12) sehingga didapatkan persamaan sebagai berikut:

$$n\lambda = 2 d \sin \theta \quad (13)$$

atau didapatkan persamaan

$$d = \frac{\lambda}{2 \sin \theta} \quad (14)$$

Persamaan ini yang dikenal sebagai Hukum *Bragg*, yaitu perumusan matematika tentang persyaratan yang harus dipenuhi agar berkas Sinar-X yang dihamburkan tersebut merupakan berkas difraksi.

Kristalinitas dapat juga ditentukan dengan XRD melalui perbandingan intensitas atau luasan *peak* sampel dengan intensitas atau luasan *peak* standar yang ditunjukkan pada persamaan berikut:

$$\text{Kristalinitas} = \frac{\text{intensitas peak HKL sampel}}{\text{intensitas peak HKL standar}} \times 100 \% \quad (15)$$

Lebar *peak* XRD adalah merupakan fungsi dari ukuran partikel, maka ukuran kristal (D) dinyatakan dalam Persamaan *Scherrer* berikut (Abdullah, 2008):

$$D = K \frac{\lambda}{B \cos(\theta_B)} \quad (16)$$

D adalah ukuran (diameter) kristalin, λ (lamda) adalah panjang gelombang pada 1.54 Å, 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 lebih umum lagi adalah menggunakan parameter B bukan sebagai FWHM dari puncak difraksi, tetapi menggunakan B dari persamaan *Warren*, yaitu:

$$B = \sqrt{FWHM_{sp}^2 - FWHM_{st}^2} \quad (17)$$

$FWHM_{sp}$ 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 (12) dapat dianggap sebagai aproksimasi yang cukup baik (Abdullah, 2008).

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:

$$\frac{1}{d^2} = \frac{h^2 + k^2 + l^2}{a^2} \quad (18)$$

Menerapkan hukum *bragg* dari persamaan (14) dan mensubstitusikan ke persamaan (18), sehingga diperoleh persamaan:

$$\frac{4\sin^2\theta}{\lambda^2} = \left(\frac{h^2 + k^2 + l^2}{a^2} \right) \quad (19)$$

$$\sin^2\theta = \frac{\lambda^2}{4a^2}(h^2 + k^2 + l^2) \quad (20)$$

a , b , dan c adalah parameter kisi dan $h k l$ adalah indeks untuk menyatakan arah bidang kristal (*indeks miller*). Dari Persamaan (13), parameter kisi dan kristal dapat ditentukan, untuk menentukan parameter kisi $a = b = c$, akan diperoleh persamaan:

$$\sin^2\theta \cdot 4a^2 = \lambda^2(h^2 + k^2 + l^2) \quad (21)$$

$$a = \frac{\lambda^2}{\sin\theta} \sqrt{\left(\frac{h^2 + k^2 + l^2}{4} \right)} \quad (22)$$

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 interatomik dan menghitung jari-jari (Van Vlack, 2004). Penentuan orientasi kristal dilakukan dengan mengamati pola berkas difraksi sinar-x yang dipantulkan oleh kristal, 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

$$\frac{1}{d^2} = \frac{h^2 + k^2 + l^2}{a^2} \quad (23)$$

2) Rombohedral

$$\frac{1}{d^2} = \frac{(h^2 + k^2 + l^2)\sin^2 \alpha + 2(hk + kl + hl)(\cos^2 \alpha)}{a^2(1 - 3\cos^2 \alpha + 2\cos^3 \alpha)} \quad (24)$$

3) Tetragonal

$$\frac{1}{d^2} = \frac{h^2 + k^2}{a^2} + \frac{l^2}{c^2} \quad (25)$$

4) Orthorombik

$$\frac{1}{d^2} = \frac{h^2}{a^2} + \frac{k^2}{b^2} + \frac{l^2}{c^2} \quad (26)$$

5) Monoklinik

$$\frac{1}{d^2} = \frac{1}{\sin^2 \beta} \left(\frac{h^2}{a^2} + \frac{k^2 \sin^2 \beta}{b^2} + \frac{l^2}{c^2} - \frac{2hl \cos \beta}{ac} \right) \quad (27)$$

6) Heksagonal

$$\frac{1}{d^2} = \frac{4}{3} \left(\frac{h^2 + hk + l^2}{a^2} \right) + \frac{l^2}{c^2} \quad (28)$$

7) Trikinik

$$\frac{1}{d^2} = \frac{1}{v^2} (S_{11}h^2 + S_{22}k^2 + S_{33}l^2 + 2S_{12}hk + 2S_{23}kl + 2S_{13}hl) \quad (29)$$

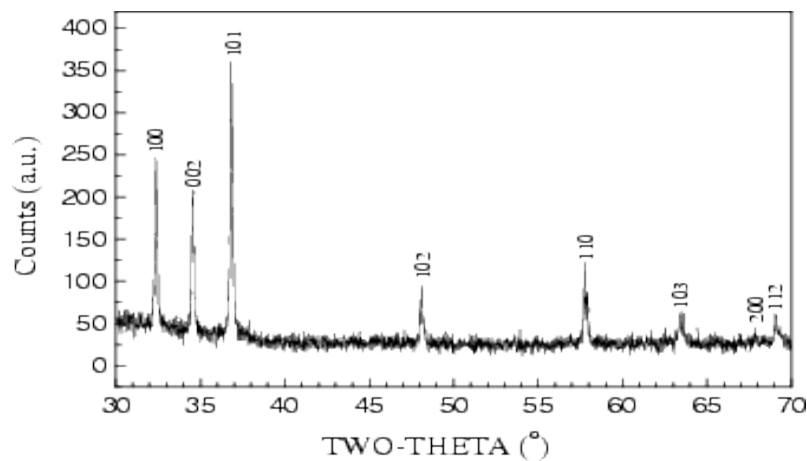
Dengan V = volume satuan sel

$$S_{11}=b^2c^2\sin^2\alpha \quad S_{12}=\frac{1}{abc^2}(\cos\alpha\cos\beta-\cos\gamma) \quad (30)$$

$$S_{22}=a^2c^2\sin^2\beta \quad S_{23}=\frac{1}{a^2bc}(\cos\beta\cos\gamma-\cos\alpha)$$

$$S_{33}=a^2b^2\sin^2\gamma \quad S_{13}=\frac{1}{ab^2c}(\cos\gamma\cos\alpha-\cos\beta)$$

Diffractometer itu dikeluarkan dalam bentuk data analog maupun data digital. Perekaman berupa garis-garis grafik memiliki kecepatan dalam millimeter/menit. Garis-garis tersebut disinkronkan dengan detektor dalam derajat 2θ per menit. Pembelokan Sinar-X yang direkam dengan mudah dikonfirmasi dalam jarak antar bidang (d) dengan mengaplikasikan hukum *bragg's*. Difraktometer juga memiliki perhitungan secara digital yang bisa merekam secara benar intensitas Sinar-X dalam jumlah per detik (Hardy dan Tucker, 1991). Gambar 18 memperlihatkan ada material yang bersifat kristal maupun *amorf*. Pola difraktogram yang dihasilkan berupa deretan puncak-puncak difraksi dengan intensitas relatif bervariasi sepanjang nilai 2θ tertentu.



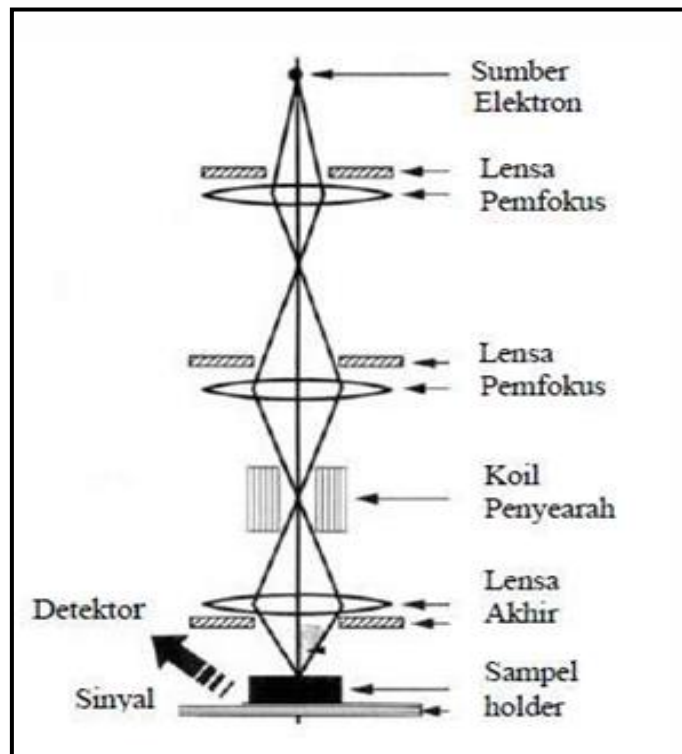
Gambar 20. Tampilan hasil spektrum x-ray diffractometer

Puncak-puncak yang teridentifikasi mewakili setiap bidang kristal tertentu, untuk mengetahui fasa dan struktur material yang diamati dapat dilakukan dengan cara sederhana, yaitu dengan cara membandingkan nilai d yang terukur dengan nilai d pada data standar. Data standar dapat diperoleh melalui *Joint Committee of Powder Diffraction Standard* (JCPDS) atau dengan *hanawalt*.

Besar intensitas relatif dari deretan puncak-puncak tersebut bergantung pada jumlah atom atau ion yang ada, dan distribusinya di dalam sel satuan material 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.

M. Scanning Electron Microscope (SEM)

Karakterisasi dengan *Scanning Electron Microscope* (SEM) dilakukan untuk mengetahui morfologi sampel dalam berbagai bidang. Prinsipnya adalah sifat gelombang dari elektron yakni difraksi pada sudut yang sangat kecil. Elektron dapat didifraksikan oleh sampel yang bermuatan, untuk sampel nonkonduktor dilakukan pelapisan dengan karbon, emas atau paduan emas, yang berfungsi untuk mengalirkan muatan elektron berlebih pada sampel ke ground. Pola yang terbentuk menggambarkan struktur dari sampel (Mulyaningsih, 2007). Skema prinsip kerja SEM dapat dilihat pada Gambar 21.



Gambar 21. Skema *scanning electron microscopy* (Anonim, 2012)

Gambar 21 menunjukkan prinsip kerja SEM, pertama berkas selektron disejajarkan dan difokuskan oleh magnet yang didesain khusus berfungsi sebagai lensa. Energi elektron biasanya 100keV yang menghasilkan panjang gelombang sekitar 0,04 nm. Spesimen sasaran sangat tipis agar berkas yang dihantarkan tidak diperlambat atau dihamburkan terlalu banyak bayangan akhir diproyeksikan ke dalam layar pendar atau film (Amrina, 2008). Kelebihan mikroskop elektron ini mempunyai daya pisah (resolusi) yang sangat tinggi dan penggunaan berkas elektron dengan panjang gelombang yang pendek.

BAB V

PENUTUP

A. Kesimpulan

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

1. Pengaruh waktu *milling* terhadap struktur mikro *forsterite* ditinjau dari:

a. Struktur kristal

Waktu *milling* tidak berpengaruh terhadap struktur kristal *forsterite* mineral serpentin dari Kabupaten Solok Selatan yaitu *Ortorombic*.

b. Ukuran kristal

Waktu *milling* berpengaruh terhadap ukuran kristal *forsterite* mineral serpentin dari Kabupaten Solok Selatan dalam bentuk penurunan puncak XRD yang menandakan mengecilnya ukuran kristal.

2. Waktu *milling* berpengaruh terhadap ukuran butir *forsterite* mineral serpentin dari Kabupaten Solok Selatan, semakin lama waktu *milling* maka ukuran butir nanopartikel *forsterite* semakin kecil.

B. Saran

Agar ukuran butir dapat mencapai ukuran <100 nm, maka peneliti selanjutnya bisa melanjutkan waktu *milling*, sehingga diperoleh hasil nanopartikel *forsterit* sesuai yang diinginkan.

DAFTAR PUSTAKA

- Abdullah, M. 2008. *Review Sintesis Nanomaterial*. Bandung. ITB Bandung.
- Abhilash, M. 2010. "Potential applications of Nanoparticles". International Journal of Pharma and Bio Sciences V1(1).
- Aisyah, I. 2011. "Sintesis dan karakterisasi β -tricalcium phosphate berbasis cangkang telur ayam di udara terbuka dengan variasi waktu sintering" [Skripsi]. Bogor: Institut Pertanian Bogor, IPB.
- Amrina QH. 2008. "Sintesis hidroksiapatit dengan memanfaatkan limbah cangkang telur: karakterisasi difraksi sinar-X dan scanning electron microscopy (SEM)" [Skripsi]. Bogor: Institut Pertanian Bogor, IPB.
- Anonim.2007. *Scanning electron microscope*.
<http://www.unl.edu/CMRacem/semoic.htm> [17 November 2015]
- Beiser, Arthur. 1987. *Konsep Fisika Modern*. Jakarta: Erlangga.
- Boev, Blazo. 2000. *Serpentin Minerals In Some Geochemical Samples From The Border Cross Blace (Republic Of Macedonia)*. Macedonia. Geologica Macedonia, Vol. 14. P. 55-60
- Brindley, W dan Hayami, Ryoza. 1965. *Mechanism Of Formation Of Forsterite And Enstatite From Serpentine*. University Park, Pennsylvania, U.S.A.
- Bromiley, D. Geoffrey and Alison R. Pawley. 2003. *The Stability Of Antigorite In The Systems MgO-SiO₂-H₂O And MgO-Al₂O₃- SiO₂-H₂O (MASH): The Effect Of Al⁺³ Substitution O High-Pressure Stability*. Manchester. Department Of Earth Science, University Of Manchester, Oxford Road
- California Geological Survey. 2002. *Serpentine California State Rock*. California. California Department Of Conservation.
- Cheng, Lin, Liu, Peng, Chen, XiaoMing. 2012. *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
- Connolly JR. 2007. *Introduction to X-ray Powder Diffraction*. Spring 1-9.
- Cullity, BD & Stock, SR. 2001. *Element of X-Ray Diffraction*. New Jersey: Prentice Hall.

- Dinas Geologi Sumber Daya Mineral. 2005. *Laporan Pemetaan Geologi Kabupaten Solok Selatan*. Propinsi Sumatra Barat: Dinas Pertambangan Dan Energi.
- Dwrandaru, W. 2012. *Aplikasi Nanosains Dalam Berbagai Bidang Kehidupan: Nanoteknologi*. UNY Karangmalang, Yogyakarta
- Efi, Yulian. 2013. *Potensi Energi dan Sumber Daya Mineral. Kab. Solok Selatan: ESDM Kabupaten Solok Selatan*.
- Emrullahoglu.C.B & Gurel.S.B. 2015. “*Production of forsterite from serpentine-Effects of magnesium chloride hexahydrate addition*”. Turkey.
- Faust, T George and Joseph J. Fahey. 1962. *The Serpentine-Group Minerals. Washington. United States Government Printing Office : Geological Survey Professional Paper 384-A*
- Febrina, Vivi.2014. “Pengaruh Temperatur Sintering Terhadap Sifat Fisis Mineral Serpentin Yang Terdapat Di Jorong Sungai Padi Nagari Lubuak Gadang Kecamatan Sangir Kabupaten Solok Selatan”.UNP: Padang.
- F.Izumi,A,Rietveld. 2012 .*Refinement program RIETAN -94 for Angie -Dispersive X-Ray and Neutron powder Diffraction, National Institute for Research In inorganic materials* 28 hal (104-110)
- Fron del, C. (1972). “*Jacob Forster (1739–1806) and his connections with forsterite and palladium*” (PDF). *Mineralogy Magazine* **38**: 545–550.
- Hrsak, Damir. 2005. *The Decomposition Of Serpentine By Thermal Treatment*. Croatia. Faculty of Metallurgy, University of Zagreb.
- Hurlbut, JR S Cornelius. 1972. *Dana ’s manual of Mineralogy*. Harvard University. Wiley International Edition
- Jamaludin K. 2010. “*X-RD (X-Ray diffractions)*”. makalah Fakultas Keguruan dan Ilmu Pendidikan, Universitas Haluoleo: Kendari.
- Krisnawan A.2009. Karakterisasi Sampel Paduan Magnesium Jenis AZ91D Dengan Berbagai Variasi Waktu Milling Oleh X-Ray Fluoresence (XRF) dan XRD. Skripsi. UINSH. Jakarta.
- Kosanovic, Cleo, dkk. 2006. “*Synthesis Of Forsterite Powder From Zeolite Precursors*”. Croatia. Original Scientific Paper ISSN-0011-1643.
- Kumar, dkk. 2005. *Nanofabrication Towards Biomedical Applications*. Wiley-vchverlaggmbh & co.kgaa, weinheim. Germany.
- Litbang. 2009. *Kajian deposit bahan baku untuk pengembangan pupuk kiserit*. Medan : Badan penelitian dan pengembangan propinsi sumatera utara
- L. Lu, M.O lai. 1998 ”*Mechanical Alloying and Milling*”(Boston,kluever Academic publishers.hal (1,7,11-20,69-153,165-169,170-174).

- Merupo, dkk. 2015. Struktural and Optical Characterization of ball milled Copper-Doped Bismut Vanadium Oxide. CrystEngComm. Poland.
- Mulyaningsih NN. 2007. “Karakterisasi hidroksiapatit sintetik dan alami pada suhu 1400°C”. Bogor: Institut Pertanian Bogor, IPB.
- Mustofa, S. dan Yunasfi. 2009. Pembuatan Karbon Berstruktur Nano dengan Metode High Energy Milling. Jurnal Sains Materi Indonesia. Vol. 10 No. 3 Tahun 2009. 288-291.
- Nanotech Indonesia. 2014. High Energy Milling E3D (HEM E3D). Banten: PUSPIPTEK Serpong.
- Nurul T.R. dkk. 2007. “HEM type E3D”. Alat penghancur pembuat fungsional nanometer dan gerakan elips 3 dimensi paten no p00200700207.
- Ozkakya, Tevhide dkk. 2008 “*Syntesis of Fe₃O₄ nanoparticles at 100°C and its magnetic characterization*”. Journal of Alloy Compounds. In Press.
- Parno. 2006. *Fisika Zat Padat*. Malang: Universitas Negeri Malang.
- Pratapa, Suminar. 2004. *Prinsip-Prinsip Difraksi Sinar-X*, makalah seminar XRD disampaikan di Padang.
- Rames. S, A. et al. 2013. “*Nanocrystalline forsterite for biomedical application: synthesis, microstructure and mechanical properties*”. University of Malaya: Kuala lumpur.
- Ratnawulan. 2013. “Karakterisasi Fisika Mineral Ekonomis Sumatra Barat Menggunakan Metoda Difraksi Sinar-X”. Padang: UNP.
- Rosana, Dadan, dkk. 2003. *Konsep Dasar Fisika Modern*. IMSTP.
- Senjaya D. 2010. “Hukum Bragg dan Aplikasinya”.
www.repository.upi.edu [16 Desember 2015]
- Smallman R.E., R.J. Bishop. 2000. *Metalurgi Fisik Modern dan rekayasa Material*. Jakarta: Erlangga
- Sulhadi, dkk. 2010. *Aplikasi Proses Oksidasi Untuk Menentukan Potensi Daur Ulang Limbah Kaca (Cult)*. Semarang. Universitas Negeri Semarang : Proseding
- Suryanarayana. 2001. “Mechanical Alloying and Milling. Departement of Metallurgical and Engineering Colorado School of Mines golden”. Colorado.USA.

- Tavangarian. F., & R. Emadi. 2009. “*Sintesis of nanocrystalline forsterite (Mg_2SiO_4) powder by combined mechanical action and thermal treatment*”. University of technology. Iran.
- Tavangarian, F dan R. Emadi. 2010. Synthesis Of Pure Nanocrystalline Magnesium Silicate Powder. *Ceramics-Silikaty*. Isfahan University Of Technologi (IUT). Vol: 52. No:2. Hal 122-127.
- Tonggiroh, Adi dan Purwanto. 2011. *Kajian Mineral Serpentin : Korelasi Karbondioksida dan Platinum Group Element (PGE) pada Seque Batuan Ultramafik*. Makassar. Jurusan Geologi Fakultas Teknik Universitas Hasanuddin. Proseding
- Van Vlack, Lawrence H. 1995. *Ilmu dan Teknologi Bahan*. Jakarta: Erlangga.
- Zhu, P, dkk. 2012. *A Study Of Cordierite Ceramics Synthesis From Serpentine Tilling And Kaolin Tailing*. China. Science Of Sintering UDK 549.632.519.718.