

**SINTESIS DAN KARAKTERISASI NANOPARTIKEL Fe
HASIL PROSES MILLING ENERGI TINGGI**

SKRIPSI

Untuk Memenuhi Sebagian Persyaratan Guna Memperoleh Gelar Sarjana Sains



**ELSA KASMI YULIHARNIS
NIM. 01969**

**PROGRAM STUDI FISIKA
JURUSAN FISIKA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS NEGERI PADANG
2014**

PERSETUJUAN SKRIPSI

Judul : Sintesis dan Karakterisasi Nanopartikel Fe Hasil Proses
Milling Energi Tinggi
Nama : Elsa Kasmi Yuliharnis
NIM : 01969
Program Studi : Fisika
Jurusan : Fisika
Fakultas : Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam

Padang, 29 Januari 2013

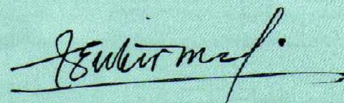
Disetujui oleh :

Pembimbing I



Dra.Yenni Darvina, M.Si.
NIP.19630911 198903 2 003

Pembimbing II



Drs. Engkir Sukirman, M.Sc.
NIP.19560712 198403 1 007

PENGESAHAN LULUS UJIAN SKRIPSI

Nama : Elsa Kasmi Yuliharnis
NIM : 01969
Program Studi : Fisika
Jurusan : Fisika
Fakultas : Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam

dengan judul

SINTESIS DAN KARAKTERISASI NANOPARTIKEL Fe HASIL PROSES MILLING ENERGI TINGGI

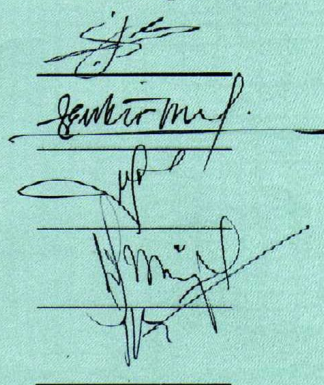
Dinyatakan lulus setelah dipertahankan di depan Tim Penguji Skripsi
Jurusan Fisika Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Universitas Negeri Padang

Padang, 29 Januari 2014

Tim Penguji

	Nama
Ketua	: Dra. Hj. Yenni Darvina, M.Si
Sekretaris	: Drs. Engkir Sukirman, M.Sc
Anggota	: Drs. Syakbaniah, M.Si
Anggota	: Dr. Hj. Djusmaini Djamal, M.Si
Anggota	: Dr. Hj. Ratnawulan, M.Si

Tanda Tangan



SURAT PERNYATAAN

Dengan ini saya menyatakan bahwa Skripsi ini benar-benar karya saya sendiri. Sepanjang pengetahuan saya tidak terdapat karya atau pendapat yang ditulis atau diterbitkan orang lain kecuali sebagai acuan atau kutipan tata cara penulisan karya ilmiah yang lazim.

Padang, Februari 2012
Yang menyatakan,

Elsa Kasmi Y

ABSTRAK

Elsa Kasmi Y : Sintesis dan Karakterisasi Nanopartikel Fe Hasil Proses *Milling Energi Tinggi*

Indonesia memiliki Sumber Daya Alam (SDA) yang melimpah, termasuk di dalamnya kandungan mineral alamiah. Salah satu kekayaan yang melimpah adalah besi. Namun batuan besi masih dijual secara mentah dengan nilai ekonomis yang rendah. Salah satu cara untuk mengoptimalkan aplikasi SDA dari besi yaitu dengan menjadikannya sebagai bahan baku pembuatan nanopartikel. Untuk mendapatkan bahan yang berukuran nanometer, dapat dilakukan dengan beberapa metoda yaitu secara kimia maupun fisis. Dalam penelitian ini digunakan metoda fisis yaitu dengan menggunakan *High Energy Milling* (HEM) dan *Planetary Ball Mill*.

Penelitian ini merupakan jenis penelitian yang bersifat eksperimental yang dilaksanakan di laboratorium Badan Karakterisasi Atom Nuklir (BKAN), BATAN. Dalam penelitian ini dilakukan variasi terhadap lamanya waktu *milling*. Untuk mendapatkan data ukuran partikel digunakan *Particle Size Analyzer* (PSA), untuk mengidentifikasi fasa digunakan *X-Ray Diffraction* (XRD) dan untuk mengetahui sifat magnet dari bahan digunakan *Vibrating Sample Magnetometer* (VSM).

Pada penelitian ini diperoleh hasil ukuran partikel dari FP20, FP30, FP60 dengan menggunakan PSA berturut-turut 8,295 nm, 7,93 nm dan 6,357 nm. Berdasarkan data ini terlihat bahwa semakin lama waktu *milling* maka ukuran partikel akan semakin kecil. Pengujian dari XRD menggunakan metoda *Rietveld* diperoleh data pada FP20 terdapat dua fasa yaitu Fe dan Fe_3O_4 dengan kandungan 63,42% dan 36,55%, untuk FP30 terdapat dua fasa yaitu fasa Fe dan Fe_3O_4 , dengan kandungan 62,82% dan 37,17% sedangkan untuk FP60 terdapat tiga fasa yaitu Fe, Fe_3O_4 dan Fe_2O_3 dengan persentase masing-masing 46,529%, 41,53% dan 11,939%. Berdasarkan data yang diperoleh dapat disimpulkan bahwa semakin lama waktu *milling* maka jumlah fasa akan semakin banyak. Nilai magnetisasi yang diperoleh dari pengujian VSM untuk FP20, FP30 dan FP60 berturut-turut 86,6 emu/gr, 75,24 emu/gr dan 59,23 emu/gr. Berdasarkan data yang diperoleh disimpulkan bahwa semakin lama *milling* maka nilai magnetisasi bahan semakin menurun. Berdasarkan hasil penelitian yang diperoleh disimpulkan bahwa semakin lama waktu *milling* maka ukuran partikel dan nilai magnetisasi semakin menurun sedangkan jumlah fasa cenderung bertambah banyak.

Kata Kunci : *Milling*, nanopartikel, *Particle Size Analyzer* (PSA), *X-Ray Diffraction* (XRD) dan *Vibrating Sample Magnetometer* (VSM).

KATA PENGANTAR

Puji dan syukur penulis haturkan kehadiran Allah Subhaanahuwata'ala atas segala nikmat, hidayah dan inayah-Nya yang selalu dilimpahkan kepada penulis dalam menyelesaikan penulisan skripsi yang berjudul **“Sintesis dan Karakterisasi Nanopartikel Fe Hasil Proses *Milling* Energi Tinggi”**.

Adapun penulisan skripsi ini dimaksudkan untuk memenuhi sebagian persyaratan memperoleh gelar sarjana sains pada Program Studi Fisika, Jurusan Fisika di Fakultas Matematika dan Ilmu pengetahuan Alam, Universitas Negeri Padang. Penulis mendapatkan bimbingan dan dorongan dari berbagai pihak selama penyelesaian skripsi ini. Terima kasih penulis ucapkan kepadang :

1. Ibu Dra. Hj Yenni Darvina, M.Si., selaku Pembimbing I atas segala bantuannya yang telas tulus dan ikhlas memberikan arahan, membaca, memeriksa, mengoreksi dan memberikan saransaran untuk perbaikan skripsi ini.
2. Bapak Drs. Engkir Sukirman, M.Sc sebagai pembimbing II atas segala bantuannya yang telah banyak memberi masukkan dan memberikan saran kepada penulis.
3. Ibu Dra. Syakbaniah, M.Si, Ibu Dr. Hj. Djusmaini Djamas, M.Si, dan Ibu Dr. Hj. Ratnawulan, M.Si selaku tim penguji.
4. Bapak Yosef Sarwanto, S.St, selaku pendamping selama penelitian dalam kegiatan laboratorium.
5. Bapak Drs. H. Asrul, M.A, selaku penasehat akademis yang selalu membantu dan memotivasi penulis selama kuliah.

6. Bapak Drs. Akmam, M.Si sebagai Ketua Jurusan Fisika, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Negeri Padang.
7. Ibu Dra. Yurnetti, M.Pd sebagai Sekretaris Jurusan Fisika, FMIPA, Universitas Negeri Padang.
8. Ibu Dra. Hidayati, M.Si sebagai Ketua Prodi Fisika, FMIPA, Universitas Negeri Padang.
9. Bapak Drs. Asrizal, M.Si sebagai Ketua Prodi pendidikan Fisika, FMIPA, Universitas Negeri Padang.
10. Staf dan dosen pengajar Jurusan Fisika yang telah banyak memberikan ilmunya kepada penulis.
11. Staf dan karyawan di Laboratorium Bidang Karakterisasi dan Analisis Nuklir (BKAN), yang telah banyak membantu penulis selama penelitian di Pt Bin Batan
12. Keluarga Besar Jurusan Fisika, terutama teman-teman angkatan 2008 yang telah banyak membantu.

Menyadari keterbatasan penulis dalam menyelesaikan skripsi ini, penulis banyak berharap kritik dan saran yang membangun demi kesempurnaan skripsi ini nantinya.

Padang, Januari 2014

Penulis

DAFTAR ISI

	Hal.
ABSTRAK.....	i
KATA PENGANTAR.....	ii
DAFTAR ISI.....	iv
DAFTAR GAMBAR.....	vi
DAFTAR TABEL.....	viii
DAFTAR LAMPIRAN.....	ix
BAB I. PENDAHULUAN.....	1
A. Latar Belakang.....	1
B. Perumusan Masalah.....	4
C. Batasan Masalah.....	4
D. Pertanyaan Penelitian.....	5
E. Tujuan Penelitian.....	5
F. Kontribusi Penelitian.....	5
BAB II. TINJAUAN PUSTAKA.....	7
A. Besi (Fe)	7
B. Nanopartikel Fe.....	9
C. Sintesis Nanopartikel	11
D. Karakterisasi Nanopartikel.....	16
BAB III. METODE PENELITIAN.....	27
A. Jenis Penelitian.....	27

B. Waktu dan Tempat Penelitian.....	27
C. Variabel Penelitian.....	28
D. Alat dan bahan.....	29
E. Prosedur Penelitian.....	34
F. Teknik Pengumpulan Data.....	37
G. Teknik Pengolahan Data.....	37
BAB IV. HASIL DAN PEMBAHASAN.....	38
A. Hasil Penelitian.....	38
B. Pembahasan.....	50
BAB V. PENUTUP.....	55
A. Kesimpulan.....	55
B. Saran	56
DAFTAR PUSTAKA.....	57
LAMPIRAN.....	60

DAFTAR GAMBAR

Gambar.	Halaman.
1. Struktur Kubus pemusatan ruang (kpr/bcc)	8
2. Teknis sintesis nanopartikel <i>top-down</i> dan <i>bottom-up</i>	12
3. Pergerakan bola dan serbuk dalam vial	15
4. Difraksi sinar-X oleh bidang kristal	18
5. Pertukaran elektron e antara ion Fe^{2+} dan Fe^{3+}	21
6. Histeresis material magnet	23
7. Intereaksi domain dengan medan magnetik eksternal.....	25
8. PSA	29
9. <i>XRD</i>	30
10. <i>VSM</i>	30
11. <i>HEM</i> SPEX CertiPrep - 8000M Mixer/Mill.....	31
12. <i>Plantary Ball Mill</i>	32
13. Timbangan analitik ER-180A	32
14. Pola difraksi Fe hasil proses <i>milling</i> dengan HEM.....	39
15. Pola difraksi dari FP20	40
16. Pola difraksi dari FP30	41
17. Pola difraksi dari FP60	42
18. Kurva FH40 (Fe <i>milling</i> 40 jam HEM)	43
19. Kurva histerisis FP20	44
20. Kurva histerisis FP30	44
21. Kurva histerisis FP60	45

22. Hubungan lama milling dengan ukuran partikel	46
23. Pola difraksi XRD dari Fe CTAB.....	47
24. Kuva Hasil Pengukuran Fe CTAB dengan VSM	50

DAFTAR TABEL

Tabel.	Halaman.
1. Sistem Kristal, Parameter Kisi Dan Kisi Bravais	19
2. Bahan penelitian.....	33
3. Penamaan Sampel.....	35
4. Perbandingan lama pencucian tiap sampel.....	36
5. Hasil pengukuran PSA.....	38
6. Intensitas dan 2theta puncak tertinggi dari FP20.....	40
7. Intensitas dan 2theta puncak tertinggi dari FP30.....	41
8. Intensitas dan 2theta puncak tertinggi dari FP60.....	42
9. Hubungan antara intensitas dan 2theta (2θ) dari gambar 23.....	48
10. Identifikasi perubahan fasa dengan XRD dan dengan analisis metode Rietveld.....	49
11. Data Pengukuran dari VSM.....	50

DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran.	Halaman.
LAMPIRAN 1. Bentuk hasil pengujian PSA.....	60
LAMPIRAN 2. Hasil pengujian XRD.....	65
LAMPIRAN 3. Data hasil pengujian VSM.....	97

BAB I

PENDAHULUAN

A. Latar Belakang

Indonesia memiliki Sumber Daya Alam (SDA) yang melimpah, termasuk di dalamnya kandungan mineral alamiah, Tapi kekayaan alam tersebut banyak yang belum diolah dan dimanfaatkan secara optimal. Salah satu kekayaan yang melimpah adalah besi. Selama ini besi ditambang dan dijual masih dalam bentuk mentah sehingga mempunyai nilai jual yang rendah (Yulianto dkk, 2003).

Nilai besi dapat kita tingkatkan dengan menjadikannya sebagai bahan baku pembuatan nanopartikel besi (Fe). Dengan menjadikan serbuk besi menjadi nanopartikel besi akan meningkatkan nilai jual dan manfaat dari pasir besi tersebut. Berdasarkan penelitian Roduner (2006) serta penelitian dari Abolfazl dkk (2012) menunjukkan bahwa nanopartikel Fe dapat dimanfaatkan dalam bidang biomedis seperti *agent* pendukung dalam proses diagnosis, *drug delivery*, terapi *hyperthermia* dan terapi kesehatan.

Menurut Mohanraj dan Chen (2006), penelitian tentang pengubahan bentuk mikropartikel menjadi nanopartikel saat ini sedang berkembang. Nanopartikel memiliki kisaran ukuran 10-100 nm. Nanopartikel antara lain memiliki luas permukaan yang besar serta jumlah atom yang banyak di permukaan, sehingga memiliki energi permukaan dan tegangan permukaan yang rendah yang memudahkan partikel menembus ke dalam membran sel. Sifat-sifat tersebut

dapat diubah-ubah dengan mengatur ukuran material, komposisi kimiawi, memodifikasi permukaan, dan mengatur interaksi antar partikel (Kenyar, 2012).

Untuk mendapatkan bahan magnetik berukuran nanometer, beberapa metode dikembangkan baik berbasis proses kimia maupun proses fisis (Thakur dkk, 2012). Secara kimia, proses sintesis nanopartikel magnetik dilakukan melalui proses presipitasi dari larutan dan proses penguapan (*pyrolysis*). Proses ini terutama proses presipitasi merupakan proses yang sederhana yang memungkinkan dilakukannya pengendalian ukuran dan kondisi kimiawi permukaan nanopartikel secara organik. Namun demikian proses ini melibatkan bahan-bahan atau sistem pelarut yang dapat menjadi produk limbah yang seringkali tidak mudah untuk ditangani.

Salah satu metode yang dapat dikembangkan dalam sintesis partikel nano adalah dengan metode *High Energy Milling*, untuk selanjutnya disebut dengan HEM. HEM merupakan teknik unik dengan menggunakan energi tumbukan antara bola-bola penghancur dan dinding *chamber* yang diputar dan digerakkan dengan cara tertentu. Nanopartikel dengan cara ini mencapai di bawah 10 nm (Ihsan, 2006).

Keunggulan HEM adalah dalam waktu yang relatif singkat dapat membuat nano partikel (memerlukan beberapa jam, tergantung tipe alat), dapat membuat nano partikel dalam kondisi atau suasana yang diinginkan saat proses milling, dan juga dapat menghasilkan nano partikel dalam jumlah yang relatif banyak (Rochman, N.T, 2009). Ketika suatu bahan logam disintesis dengan HEM maka

bahan tersebut akan mengalami beberapa perubahan diantaranya yaitu perubahan ukuran partikel, perubahan fasa dan sifat magnetik.

Penelitian mengenai *synthesis and characterization of natural rubber silica composite* oleh Gunawan menunjukkan bahwa sintesis dengan HEM akan mengakibatkan terjadinya pengecilan terhadap ukuran partikel. Pada Saat sampel *dimilling* selama 2 jam ukuran partikelnya yaitu sebesar 226 nm, setelah *dimilling* selama 4 jam maka sampel tersebut mengalami penurunan ukuran partikel menjadi 150 nm. Begitu juga selanjutnya pada waktu *milling* 8 jam ukurannya menjadi lebih kecil lagi yaitu 117 nm.

Ridwan (2007) telah menyelidiki sintesis nanopartikel Fe_3O_4 dengan menggunakan HEM menunjukkan bahwa lama waktu *miling* akan mengakibatkan terjadinya transformasi fasa dari Fe menjadi Fe_3O_4 . Fasa merupakan satu set keadaan yang dibatasi seperti tekanan dan temperatur dengan batas fase pada diagram fasa, batas-batas fase berhubungan dengan perubahan dalam penyusunan materi, seperti perubahan dari cair ke padat atau perubahan yang lebih halus dari satu struktur kristal yang lain (Smallman R.E. dan R.J. Bishop, 1999).

Pada tahun 2013 (mujamilah, dkk) telah melakukan penelitian mengenai struktur dan sifat magnetik nanopartikel magnetik (Fe-R) (R : Fe , Tb, Dy, Co). Hasil penelitian menunjukkan bahwa proses *milling* dengan HEM juga akan mempengaruhi sifat magnetik bahan yang ditandai dengan penurunan nilai

koersivitas bahan. Dalam ukuran nano sifat material bahan dapat berubah dari ferromagnetik menjadi superparamagnetik dalam ukuran nano.

Berdasarkan uraian di atas maka penulis tertarik untuk melakukan penelitian tentang Sintesis Nanopartikel Dengan Menggunakan Metoda Milling. Adapun judul dari penelitian ini adalah: “Sintesis dan Karakterisasi Nanopartikel Fe Hasil Proses *Milling* Energi Tinggi”.

B. Perumusan Masalah

Berdasarkan latar belakang diatas, perumusan masalah dari penelitian ini adalah ”Bagaimana Pengaruh Variasi Waktu *Miling* terhadap Perubahan Ukuran Partikel, Perubahan Fasa dan Sifat Kemagnetan dari Nanopartikel Fe Hasil Proses *Milling* Energi Tinggi”.

C. Batasan Masalah

Adapun batasan masalah dalam penelitian ini adalah:

1. Serbuk Fe yang digunakan adalah serbuk Fe produk ALDIRCH dengan ukuran 10 μm dan kemurnian 99,9% yang terdapat dilaboratorium BKAN (Badan Karakterisasi Atom Nuklir).
2. Fe disintesis dengan HEM selama 40 jam, HEM dikontrol dengan sistem *on* 90 menit *off* 30 menit dan pencucian sampel FP20, FP30, FP60 dengan Aseton.
3. Fe dengan penambahan CTAB (*Cetyltrimethyl ammonium bromide*) *dimilling* dengan *Planatary* dengan variasi waktu *milling* 20 jam, 30 jam dan 60 jam.

D. Pertanyaan Penelitian

Adapun pertanyaan dari penelitian ini adalah:

1. Bagaimana pengaruh variasi waktu *miling* terhadap perubahan ukuran partikel?
2. Bagaimana pengaruh variasi waktu *milling* terhadap perubahan fasa yang terjadi pada nanopartikel?
3. Bagaimana pengaruh variasi waktu *milling* terhadap sifat kemagnetan nanopartikel?

E. Tujuan Penelitian

Adapun tujuan dari penelitian ini adalah:

1. Mengetahui pengaruh variasi waktu *miling* terhadap perubahan ukuran partikel
2. Mengetahui pengaruh variasi waktu *milling* terhadap perubahan fasa yang terjadi pada nanopartikel
3. Mengetahui pengaruh variasi waktu *milling* terhadap sifat kemagnetan nanopartikel

F. Kontribusi Penelitian

Hasil penelitian ini diharapkan dapat memberikan kontribusi, diantaranya :

1. Untuk meningkatkan nilai ekonomis dari serbuk besi serta untuk menambah khasanah ilmu pengetahuan, serta dalam mengetahui proses pembentukan nanopartikel dengan menggunakan metoda *milling* energi tinggi (HEM).

2. Terhadap pembaca sekaligus terhadap penulis, untuk menambah pengetahuan dan serta dapat dimanfaatkan untuk penelitian selanjutnya.
3. Bagi penulis merupakan salah satu syarat untuk memperoleh gelar sarjana sains di Jurusan Fisika Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Negeri Padang.

BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

A. Besi (Fe)

Besi (Fe) adalah logam yang kelimpahannya di alam berada pada urutan kedua. Senyawa ini memiliki dua tingkat oksidasi, yaitu Fe^{2+} (ferro) dan Fe^{3+} (ferri). Umumnya besi cenderung untuk membentuk senyawa dalam bentuk ferri dari pada dalam bentuk ferro, dan membentuk kompleks yang stabil dengan senyawa-senyawa tertentu. Besi juga merupakan suatu anggota rangkaian transisi baris unsur-unsur yang pertama, terdiri dari Sc, Ti, V, Cr, Mn, Fe, Co, Ni, Cu Dan Zn, dan kepunyaan kelompok 8B Pada susunan unsur kimia, bersama dengan Ru dan Os (Sudarmo, 2004).

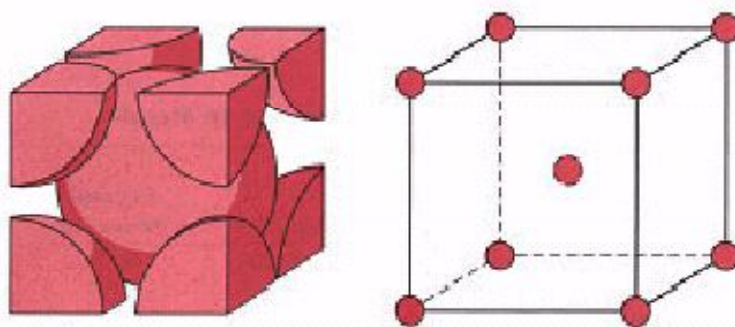
Fe merupakan material bahan yang memiliki sifat *ferromagnetik*, dimana bahan ferromagnetik memiliki atom yang tidak terisi penuh pada kulit memiliki momen magnetik spontan sekalipun tidak ada medan aplikasi. Keberadaan momen spontan ini memberi kesan bahwa spin elektron dan momen magnetik tersusun dalam cara yang teratur (Rethwisch, 2007).

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan (Yulianto dkk, 2002) diketahui bahwa endapan pasir besi memiliki mineral-mineral magnetik seperti *Magnetit* (Fe_3O_4), *Hematit* ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$), dan *Maghemit* ($\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$). *Magnetite* (Fe_3O_4) merupakan mineral magnetik yang bersifat *ferromagnetic* dengan

temperatur *curie* 580°C . *Magnetite* mempunyai sifat kemagnetan yang sangat kuat dengan magnetisasi saturasi pada medan $\leq 300 \text{ mT}$.

Magnetite mempunyai sifat kemagnetan yang sangat kuat dan memiliki kandungan mineral Fe paling tinggi (Butler, 1998). *Magnetite* merupakan salah satu mineral magnetik yang sangat penting di bumi, terdapat pada batuan beku, sedimen dan metamorf. *Hematite* memiliki Nama kimia oksida besi (Fe_2O_3), batuananya bulat dan kristal. Massanya berisi butiran-butiran dengan batuan mineralnya berwarna merah kecoklatan. temperature *curie* 680°C , dengan medan saturasi $\geq 300 \text{ mT}$ (Butler, 1998).

Fe mempunyai struktur kubik, pada suhu ruang sel satuan Fe mempunyai atom pada setiap titik sudut kubus dan satu atom pada pusat kubus. Fe merupakan logam yang paling umum dengan struktur kubik pemusatan ruang (bcc), krom, tungsten, dan unsure lainnya juga mempunyai susunan kubik pemusatan ruang (Callister, 2009).



Gambar 1. Struktur Kubus pemusatan ruang (kpr/bcc)
(Lawrence, 1981)

Tiap atom Fe dalam struktur kubik pusat ruang (kpr/bcc) ini dikelilingi oleh delapan atom tetangga seperti yang terlihat pada gambar 1. hal ini berlaku untuk setiap atom baik yang terletak pada titik sudut maupun atom dipusat sel. Oleh karena itu setiap atom mempunyai lingkungan geometric yang sama. Sel satuan kpr mempunyai dua atom. Satu atom dipusat kubus dan seperdelapan atom pada delapan titik sudutnya (Lawrence, 1981).

B. Nanopartikel Fe

Nanopartikel magnetik adalah kelas nanopartikel yang dapat dimanipulasi dengan menggunakan medan magnet. Partikel tersebut umumnya terdiri dari unsur-unsur magnetik seperti besi, nikel dan kobalt dan senyawa kimianya. Nanopartikel magnetik telah menjadi fokus dari banyak penelitian baru-baru ini karena mereka memiliki sifat menarik yang bisa melihat potensi untuk digunakan dalam katalisis termasuk nanomaterial berbasis katalis, biomedis, pencitraan resonansi magnetik, pencitraan partikel magnetik, penyimpanan data, rehabilitasi lingkungan dan nanofluids (Kumar, 2005).

Nanopartikel Fe adalah nanopartikel yang paling umum digunakan, dimana nanopartikel Fe menjadi superparamagnetik ketika memiliki ukuran lebih kecil dari 128 nm (Kumar, 2005). Superparamagnetik adalah keteraturan magnetik bahan yang terbentuk hanya pada saat ada medan magnet luar. Pada medan magnet luar sama dengan nol maka bersifat paramagnetik. Sifat ini dapat timbul pada bahan magnetik dengan ukuran partikel yang semakin kecil sampai berukuran nano. Bahan superparamagnetik timbul dari bahan feromagnetik yang

berukuran sangat kecil (nano) yang membentuk domain magnetik yang mempunyai derajat kebebasan yang tinggi. Bahan superparamagnetik ini ketika diberi medan magnet yang tinggi maka akan terbentuk magnetisasi saturasi (D.K.Kim, 2001).

Sifat superparamagnetik bertujuan untuk mencegah pengelompokan partikel karena nanopartikel Fe hanya memperlihatkan perilaku magnetis ketika suatu medan magnet eksternal diterapkan. Untuk meningkatkan stabilitas dari nanopartikel Fe biasanya digunakan surfaktan, silikon atau asam fosfat derivatif.

Surfaktan merupakan suatu senyawa aktif penurun tegangan permukaan yang dapat diproduksi melalui sintesis kimiawi maupun biokimiawi. Karakteristik utama surfaktan adalah memiliki gugus polar dan non polar pada molekul yang sama.

Sifat aktif permukaan yang dimiliki surfaktan diantaranya mampu menurunkan tegangan permukaan, tegangan antarmuka dan meningkatkan kestabilan sistem emulsi. Surfaktan berfungsi sebagai *stabilizer (surface active agent)*. Surfaktan biasanya merupakan senyawa organik yang bersifat amphipibic, artinya mempunyai dua gugus, yang bersifat *hydrophobic* atau yang tak suka air dan yang bersifat *hydrophilic* atau suka air (Wardiyati dkk, 2007).

Cetyl trimethylammonium bromide (CTAB) selanjutnya disebut dengan CTAB, termasuk golongan surfaktan yang merupakan zat yang dapat mengaktifkan permukaan, karena cenderung untuk terkonsentrasi pada

permukaan (antar muka), atau zat yang dapat menaik dan untuk menurunkan tegangan permukaan. CTAB adalah senyawa organik dengan [rumus kimia](#) $(C_{16}H_{33})N(CH_3)_3Br$, yang merupakan salah satu komponen dari [antiseptik](#) topikal yang disebut [setrimida](#).

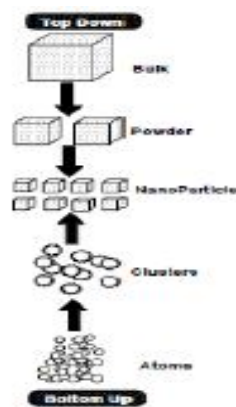
Menurut (Suryanarayana, 2001) Dalam penggilingan dengan energi tinggi, surfaktan digunakan pada tingkat sekitar 1-5 berat % Dari serbuk keseluruhan muatan ke pabrik. Sifat dan kuantitas surfaktan yang digunakan dan jenis *milling* akan menentukan ukuran akhir, bentuk, dan kemurnian dari serbuk partikel. Penggunaan jumlah yang lebih besar dari surfaktan biasanya mengurangi ukuran partikel dengan 2-3 dari besar ukuran.

Pada tahun 2007 (wardiyati dkk) telah melakukan sintesis nanopartikel oksida besi dengan metode emulsi dengan menggunakan surfaktan CTAB dari penelitian diketahui Fasa Fe_3O_4 terbentuk dengan ukuran kristal sekitar 5 nm Partikel yang terbentuk tidak menggumpal atau terpisah antara partikel yang satu dengan yang lainnya.

C. Sintesis Nanopartikel

Ada dua metode yang dapat digunakan dalam sintesis nanomaterial, yaitu secara *top down* dan *bottom up*. *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 nano struktur (Kumar, 2005).

Contoh metode *top down* adalah penggerusan dengan alat *milling*, sedangkan teknologi *bottom up* yaitu menggunakan teknik sol-gel, presipitasi kimia, dan aglomerasi fasa gas. Sintesis nanopartikel dengan metode *top down* dan *bottom up* dapat dilihat pada Gambar 2.



Gambar 2 Teknis sintesis nanopartikel *top-down* dan *bottom-up*
(Kumar, 2005)

Teknologi *bottom up* dimulai dengan molekul dan bahan aktif yang dilarutkan dengan pelarut organik kemudian pelarut dihilangkan. Teknologi *top down* menggunakan berbagai jenis penggilingan dan teknik homogenisasi.

Teknologi *top down* lebih populer dibandingkan teknologi *bottom up*. *Top down* dikenal sebagai "*nanosizing*", dalam kata lain *top down* adalah proses yang memecah kristal partikel besar menjadi potongan-potongan kecil (Kumar, 2005).

Metode HEM dan *Planetary Ball Mill* merupakan teknik pendekatan *top down*. Dalam proses *HEM* serbuk awal yang berukuran mikrometer ditempatkan dalam wadah tertutup bersama-sama bola dan selanjutnya dikocok (*dimilling*) dengan kecepatan tinggi sehingga terjadi benturan antara bola-bola tersebut dengan serbuk dan terjadi proses penghancuran serbuk. karakteristik akhir serbuk akan dipengaruhi oleh perbandingan berat bola dan serbuk awal, kecepatan pengocokan serta waktu proses. kondisi kimiawi permukaan nanopartikel, sampai batas tertentu, dapat dicoba dikendalikan dengan pemberian larutan atau gas *inert* sebagai media proses *milling*.

Menurut (Suryanarayana, 2001) *HEM* merupakan alat penggiling bola sederhana dan tersusun rapi yang mampu menghancurkan sampel pada range 10 – 20 gram. 8000 M *Mixer/Mill* 8000 M kerjanya seperti mesin pengocok atau *high energy ball mill*, mesin ini mengocok tabung container dari belakang keluar dengan putaran 1080 putaran per menit. Mesin penghalus multi guna ini mampu merubah sampel yang keras dan mudah pecah menjadi sampel analitis yang berbentuk serbuk, dan bisa juga membuat menjadi emulsi atau untuk melakukan *mechanical alloying*.

Keunggulan dari HEM adalah gerak tiga dimensi dan putaran pada vial, sehingga mekanisme proses amorfisasi dan pembentukan nanopartikel lebih

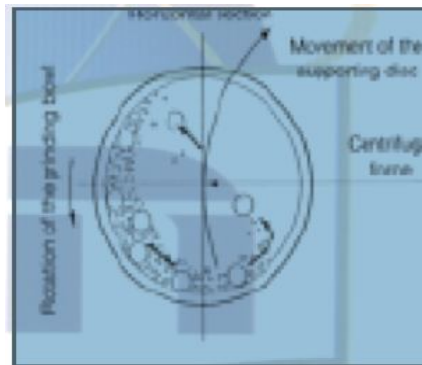
cepat dan efektif. *HEM* dapat digunakan untuk pengadukan, homogenisasi, penggilingan mekanik, pemaduan mekanik, dan membuat emulsi. *HEM* adalah salah satu jenis *shaker ball mill*, merupakan generasi termutakhir alat penggiling bola yang dapat melakukan proses pemaduan mekanik dengan tingkat efektifitas dan efisiensi yang tinggi.

Cara kerja mesin penggiling ini *HEM* sangat sederhana. Mesin akan memutar wadah yang berisi bola-bola penghancur untuk menggiling bahan partikel bubuk yang akan dibuat menjadi partikel nano. Konsepnya adalah meningkatkan peluang penghancuran dengan membuat gerakan bola-bola yang saling berbenturan dalam jumlah yang sangat banyak. Tingginya frekuensi tumbukan yang terjadi antara campuran serbuk dengan bola-bola giling disebabkan karena wadah yang berputar dengan kecepatan tinggi (Nurul, 2007).

Planetary ball mill adalah alat yang sering digunakan untuk *mechanical alloying*. Nama *Planetary Ball Mill* diambil dari seperti pergerakan planet, dimana prinsip kerja alat ini didasarkan pada rotasi relatif pergerakan antara jar grindra dan putaran disk. *Ball mill* terdiri dari satu putaran disk dan putaran vial. Putaran disk dalam satu arah sementara vial berotasi pada arah yang berlawanan. Gaya sentrifugal dibuat dari vial yang mengelilingi sumbunya bersama-sama dengan rotasi arah yang dipakai oleh serbuk dan bola-bola mill didalam vial (Suryanarayana, 2001).

Gambar 3 melihatkan gerakan bola-bola dan serbuk selama arah rotasi vial dan putaran disk berlawanan, gaya sentrifugal bertukaran secara sinkron.

Hasil gesekan dari bola-bola milling dan campuran serbuk digiling bergantian berputar terhadap dinding vial, dan hasil impek ketika bola-bola dan serbuk terangkat dan terlempar menyilang wadah yang menumbuk secara berlawanan.



Gambar 3. pergerakan bola dan serbuk dalam vial
(Suryanarayana, 2001)

Berdasarkan penelitian (Irfan, 2010) telah dilakukan sintesis pasir besi dan pencampuran dengan karbon menggunakan *planetary ball mill* selama interval waktu 0 jam dan 20 jam, namun pada 40 dan 60 jam terlihat intensitas peaknya (puncak) menurun dan agak melebar dari peak 20 dan 0 jam. Penurunan dan pelebaran peak pada hasil penelitian dapat diakibatkan karena ukuran butiran yang mengecil akibat adanya deformasi mekanisme yang hebat selama proses *mechanical milling*, dimana selama proses ini terjadi tumbukkan yang hebat, sehingga dari tumbukkan itu akan dihasilkan energi tumbukan yang dapat memperkecil ukuran butiran.

D. Karakterisasi Nanopartikel

Ada banyak alat yang dapat digunakan dalam pengkarakterisasian suatu nanopartikel. Alat yang digunakan tergantung kepada apa yang ingin diketahui, diantaranya yaitu :

1. Pengaruh waktu milling terhadap ukuran partikel

Particle Size Analyzer, selanjutnya disebut PSA merupakan sebuah alat yang digunakan untuk mengukur ukuran partikel. Pengukuran partikel dengan PSA biasanya menggunakan metode basah. Metode ini dinilai lebih akurat jika dibandingkan dengan metode kering ataupun pengukuran partikel dengan metode ayakan dan analisa gambar. Terutama untuk sampel-sampel dalam orde nanometer dan submicron yang biasanya memiliki kecenderungan aglomerasi yang tinggi.

Hal ini dikarenakan partikel didispersikan ke dalam media sehingga partikel tidak saling beraglomerasi (menggumpal). Dengan demikian ukuran partikel yang terukur adalah ukuran dari *single particle*. Selain itu hasil pengukuran dalam bentuk distribusi, sehingga hasil pengukuran dapat diasumsikan sudah menggambarkan keseluruhan kondisi sampel (Nanortim, 2010).

Berdasarkan penelitian (Gunawan dkk, 2011) telah dilakukan pengukuran dengan PSA terhadap sampel SiO_2 yang telah disintesis dengan HEM. Pada Saat sampel SiO_2 dimilling selama 2 jam ukuran partikelnya yaitu sebesar 226 nm, setelah dimilling selama 4 jam maka sampel tersebut

mengalami penurunan ukuran partikel menjadi 150 nm. Begitu juga selanjutnya pada waktu milling 8 jam ukurannya menjadi lebih kecil lagi yaitu 117 nm.

2. Pengaruh Waktu *Milling* Terhadap Fasa

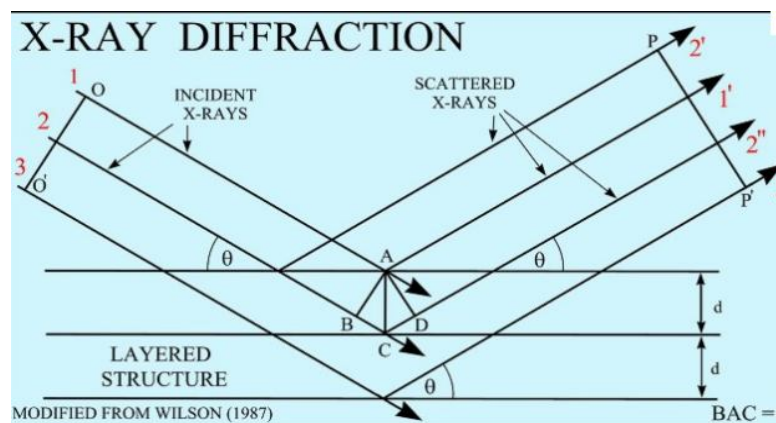
Fasa adalah wilayah ruang (sistem termodinamika), sepanjang yang semua sifat fisik material dasarnya seragam (An-Hui Lu dkk, 2007). Contoh sifat fisik meliputi densitas, indeks bias komposisi, magnetisasi dan kimia. Identifikasi fasa dapat dilakukan dengan menggunakan *X-ray diffraction* selanjutnya disebut XRD, serta dengan bantuan metode analisis *Rietvied*.

XRD merupakan alat yang digunakan untuk mengkarakterisasi struktur kristal, ukuran kristal dari suatu bahan padat. XRD juga digunakan untuk mengidentifikasi fasa kristalin dalam katalis dengan menggunakan parameter kisi, dan untuk memperoleh indikasi ukuran partikel (Chorkendroff, 2003).

Difraksi sinar-X terjadi pada hamburan elastis foton-foton sinar-X oleh atom dalam sebuah kisi periodik. Hamburan monokromatis sinar-X dalam fasa memberikan interferensi yang konstruktif (Suryanarayana, 1998). Dasar dari penggunaan difraksi sinar-X untuk mempelajari kisi kristal adalah berdasarkan persamaan Bragg :

$$n.\lambda = 2.d.\sin \theta ; n = 1,2, (1)$$

Dengan λ adalah panjang gelombang sinar-X yang digunakan, d adalah jarak antara dua bidang kisi, θ adalah sudut antara sinar datang dengan bidang normal, dan n adalah bilangan bulat yang disebut sebagai orde pembiasan (Cullity, 1978). Hukum Bragg merupakan rumusan matematika tentang persyaratan yang harus dipenuhi agar berkas sinar-X yang dihamburkan tersebut merupakan berkas difraksi. Berkas sinar-X monokromatik yang datang pada permukaan kristal akan dipantulkan, dan pantulan terjadi hanya jika sudut datangnya mempunyai sudut tertentu.



Gambar 4. Difraksi sinar-X oleh bidang kristal.

Berdasarkan persamaan Bragg, jika seberkas sinar-X di jatuhkan pada sampel kristal, maka bidang kristal itu akan membiaskan sinar-X yang memiliki panjang gelombang sama dengan jarak antar kisi dalam kristal tersebut. Sinar yang dibiaskan akan ditangkap oleh detektor kemudian diterjemahkan sebagai sebuah puncak difraksi (Cullity, 1978).

Jika atom-atom dalam kristal membentuk susunan teratur yang berulang maka atom-atom dalam kristal haruslah tersusun dalam salah satu dari 14 bentuk kisi-kisi tersebut. Ada dua jenis kisi yaitu kisi Bravais dan kisi non Bravais. Pada kisi Bravais, semua titik-titik kisi adalah sama sehingga diperlukan semua atom dalam kristal sama (sejenis). Berdasarkan parameter kisi tersebut maka berbagai sel satuan dapat digolongkan dalam tujuh sistem Kristal (Ibnu Suud, 2003). Tujuh sistem kristal dapat dilihat pada Tabel 1.

Tabel 1. Sistem Kristal, Parameter Kisi Dan Kisi Bravais (Kittel, 2005)

Sistem	Panjang sumbu dan sudut	Kisi Bravais	Simbol Kisi
Kubus	$a = b = c$ $\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$	Simple Body-centered Face-centered	P I F
Tetragonal	$a = b \neq c$ $\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$	Simple Body-centered	P I
Ortorombik	$a \neq b \neq c$ $\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$	Simple Body-centered Base-centered Face-centered	P I C F
Rombohedral/Trigonal	$a = b = c$ $\alpha = \beta = \gamma \neq 90^\circ$	Simple	P
Hexagonal	$a = b \neq c$ $\alpha = \beta = 90^\circ, \gamma = 120^\circ$	Simple	P
Monoklinik	$a \neq b \neq c$ $\alpha = \gamma = 90^\circ, \neq \beta$	Simple Body-centered	P I
Triklinik	$a \neq b \neq c$ $\alpha \neq \beta \neq \gamma \neq 90^\circ$	Simple	P

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan oleh (Suwarno, 2008), dari hasil *Refinement* pola XRD campuran Fe dan Ti sebelum dan sesudah dimilling selama 30 jam menunjukkan bahwa fraksi massa campuran Fe dan Ti sebelum *milling* berturut-turut sebesar 59,17 % dan 40,83 %. Hal ini dibuktikan dengan analisis *Rietveld* bahwa fasa Fe memiliki struktur kristal kubus dan untuk fasa Ti dengan bentuk kristal heksagonal. Setelah *dimilling* terjadi perubahan fase membentuk Fe_2Ti dan FeTi , selain masih adanya Fe.

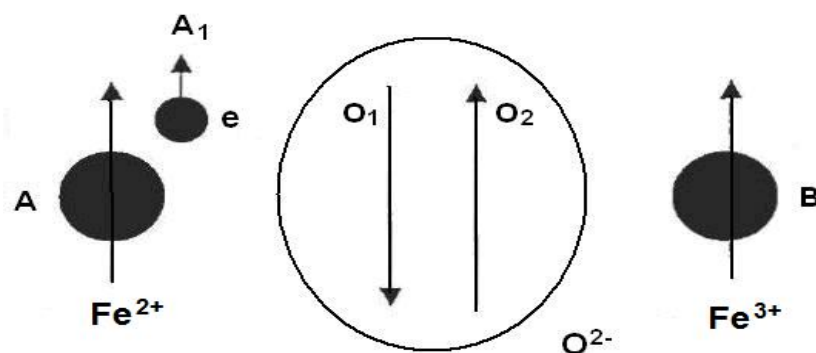
Setelah *dimilling* spesimen terdiri dari 3 komponen yaitu fase Fe, Fe_2Ti dan FeTi dengan fraksi massa masing-masing sebesar 49,32 ; 34,63 dan 16,05 %. Perubahan yang sangat mencolok atas spesimen sebelum dan sesudah *dimilling* menunjukkan bahwa serbuk mengalami proses *milling* yang menyebabkan terjadinya amorfisasi, dimana serbuk paduan kehilangan orientasi kristalnya.

Pada tahun 2007 (Ridwan dkk) juga telah melakukan penelitian tentang sintesis partikel nano Fe_3O_4 dengan proses *wet milling*. Dari penelitian secara kualitatif dapat dikatakan bahwa kecepatan perubahan Fe menjadi Fe_3O_4 dengan hanya melibatkan Fe saja relatif lebih cepat dibandingkan dengan sistem campuran $\text{Fe} + \alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ dalam selang waktu *milling* yang sama. Hal ini sangat mungkin disebabkan oleh terganggunya proses oksidasi Fe akibat terhalangi oleh fasa Fe_3O_4 yang menyelubungi partikel Fe.

Pengertian oksidasi dapat dilihat dari berbagai aspek, dalam hal transfer oksigen oksidasi adalah reaksi antara suatu zat dengan oksigen (suatu zat

tersebut mendapatkan oksigen). Dalam hal transfer elektron zat yang teroksidasi melepaskan elektron dan mengalami kenaikan bilangan oksidasi sebaliknya pada oksidastor terjadi reduksi dan mengalami penurunan bilangan oksidasi serta menangkap elektron. Sedangkan dalam hal transfer hidrogen zat yang teroksidasi mengalami kehilangan atom H atau pembentukan ikatan baru C dan H.

Pada saat berlangsungnya proses oksidasi akan terjadi interaksi pertukaran $\text{Fe}^{3+} - \text{O}^{2-} - \text{Fe}^{2+}$, dimisalkan ion Fe^{2+} dan Fe^{3+} berturut-turut berada di sebelah kiri dan kanan atom oksigen. Spin elektron e pada Fe^{2+} dan Fe^{3+} memiliki arah sama seperti ditunjukkan pada Gambar 5.



Gambar 5. Pertukaran elektron e antara ion Fe^{2+} dan Fe^{3+} .

(Wardiyati, 2012)

Menurut kaidah Hund, semua spin Fe^{2+} harus memiliki arah yang sama untuk meminimumkan gaya tolak menolak Coulomb. Sekarang elektron e (A_1) dari Fe^{2+} (A) melompat dan menggantikan elektron O_2 yang memiliki spin dalam arah yang sama dan kemudian elektron O_2 melompat ke ion

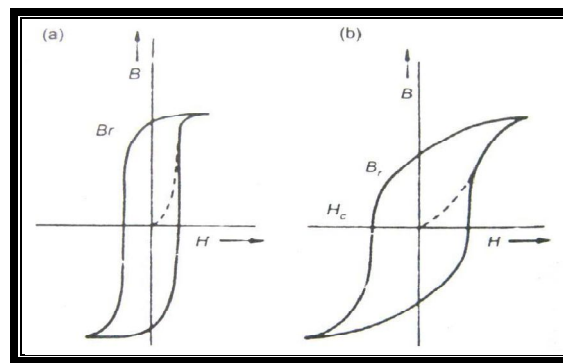
$\text{Fe}^{3+}(\text{B})$. Sehingga ion $\text{Fe}^{2+}(\text{A})$ menjadi $\text{Fe}^{3+}(\text{A})$ dan ion $\text{Fe}^{3+}(\text{B})$ menjadi $\text{Fe}^{2+}(\text{B})$. Jadi ada transport elektron dari Fe^{2+} ke Fe^{3+} melalui oksigen dan sebaliknya dari Fe^{3+} ke Fe^{2+} melalui oksigen dan spin elektron tetap dalam arah sejajar (Wardiyati, 2012).

3. Pengaruh waktu *milling* terhadap kemagnetan bahan

Magnet dapat dibuat dari bahan besi, baja, dan campuran logam serta telah banyak dimanfaatkan untuk industri otomotif dan lainnya. Sebuah magnet terdiri atas magnet-magnet kecil yang memiliki arah yang sama (tersusun teratur), magnet-magnet kecil ini disebut magnet elementer. Pada logam yang bukan magnet, magnet elementernya mempunyai arah sembarangan (tidak teratur) sehingga efeknya saling meniadakan, yang mengakibatkan tidak adanya kutub-kutub magnet pada ujung logam. Setiap magnet memiliki dua kutub, yaitu: utara dan selatan. Kutub magnet adalah daerah yang berada pada ujung-ujung magnet dengan kekuatan magnet yang paling besar berada pada kutub-kutubnya (Saragi, 2010).

Sejumlah benda-benda magnet dapat dipandang sebagai sekumpulan benda magnetik. Apabila benda magnet tersebut diletakkan dalam medan luar, benda tersebut menjadi termagnetisasi karena induksi. Dengan demikian, intensitas kemagnetan dapat didefinisikan sebagai tingkat kemampuan menyearahkan momen-momen magnetik dalam medan magnetik luar dapat juga dinyatakan sebagai momen magnetik persatuan volume. Satuan magnetisasi dalam cgs adalah gauss atau emu.

Material magnetik diklasifikasikan menjadi dua yaitu material magnetik lemah atau *soft magnetic materials* maupun material magnetik kuat atau *hard magnetic materials*. Penggolongan ini berdasarkan kekuatan medan koersifnya dimana *soft magnetic* atau material magnetik lemah memiliki medan koersif yang lemah sedangkan material magnetik kuat atau *hard magnetic materials* memiliki medan koersif yang kuat. Hal ini lebih jelas digambarkan dengan diagram histeresis atau *hysteresis loop* pada Gambar 6.



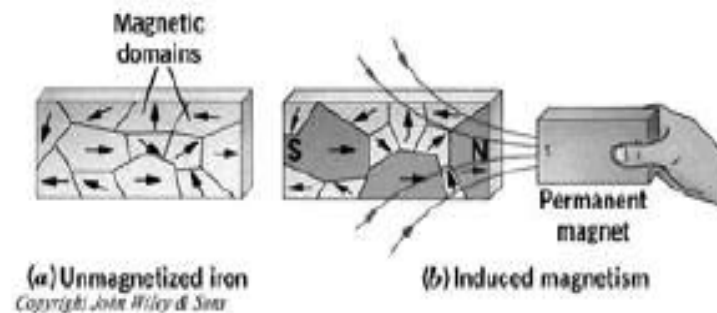
Gambar 6. Histeris Material Magnet
 (a) Material lunak dan (b) Material keras
 (Rethiwsch, 2007)

Diagram histeresis pada Gambar 6 menunjukkan kurva histeresis untuk material magnetik lunak pada gambar (a) dan material magnetik keras pada gambar (b). H adalah medan magnetik yang diperlukan untuk menginduksi medan berkekuatan B dalam material. Setelah medan H ditiadakan, dalam spesimen tersisa magnetisme residual B_r , yang disebut residual remanen, dan diperlukan medan magnet H_c yang disebut gaya koersif, yang harus diterapkan dalam arah berlawanan untuk meniadakannya. Magnet lunak mudah

dimagnetisasi serta mudah pula mengalami demagnetisasi. Nilai H yang rendah sudah memadai untuk menginduksi medan B yang kuat dalam logam, dan diperlukan medan H_c yang kecil untuk menghilangkannya. Magnet keras adalah material yang sulit dimagnetisasi dan sulit di demagnetisasi .

Bahan yang mudah sekali ditarik oleh magnet seperti besi, nikel, kobalt dan baja disebut bahan feromagnetik. Bahan feromagnetik keras sisa magnetiknya sangat kuat karena hanya sedikit domain yang kembali ke arah yang acak, dan sebaliknya pada bahan feromagnetik lunak. Dengan satu domain saja maka akan memiliki derajat kebebasan yang tinggi dan serbuk magnet yang berukuran kecil (nano) sifat-sifatnya lebih domain dan menjadi lebih baik (Rethiwsch, 2007).

Domain adalah daerah-daerah mikroskopik magnetik tempat atom-atom tersusun atau terkelompokkan. Dalam magnetik kristal, sebuah kristal dapat disusun oleh beberapa domain yang dipisahkan oleh dinding domain. Domain-domain tersebut terorientasi dalam arah random hingga mengalami magnetisasi dalam medan eksternal. Jika bahan feromagnetik diberi medan magnet luar, maka domain-domain tersebut akan terorientasi dan menghasilkan medan magnetik. Jika magnetisasi domain ini tetap (tidak berubah) sekalipun medan eksternalnya dihilangkan, maka bahan tersebut dikatakan “*permanently magnetized*” (Rethiwsch,2007).



Gambar 7. Interaksi Domain dengan Medan Magnetik Eksternal.
(Rethiwsch,2007).

Untuk mengetahui sifat magnetik bahan akibat pengaruh proses *milling* dilakukan pengukuran magnetisasi bahan dengan memakai alat *Vibrating Sample Magnetometer* selanjutnya disebut VSM. VSM merupakan salah satu jenis peralatan yang mempelajari sifat magnetik bahan. Dengan alat ini dapat diperoleh informasi mengenai besaran-besaran sifat magnetik sebagai akibat perubahan medan magnet luar yang digambarkan dengan kurva histerisis dan sifat magnetik bahan sebagai akibat perubahan suhu.

Secara prinsip ada dua metoda untuk mengukur besar magnetisasi yaitu metoda induksi (*induction method*) dan metoda gaya. Pada metoda induksi, magnetisasi diukur dari sinyal yang ditimbulkan/diinduksikan oleh sampel yang bergetar dalam lingkungan medan magnet pada sepasang kumparan. Sedangkan metoda gaya pengukuran dilakukan pada cuplikan yang berada dalam gradient medan magnet. VSM adalah merupakan salah satu alat ukur magnetisasi yang bekerja berdasarkan metoda induksi (Mujamilah dkk, 2000).

Berdasarkan penelitian (Sri. M, 2006) telah dilakukan pengukuran terhadap sampel Co standar dan sampel campuran serbuk Co-Al setelah proses *milling*. Dari data hasil pengukuran *VSM* didapati bahwa nilai magnetisasi semakin menurun seiring bertambah waktu proses *milling*. Hal ini menunjukkan bahwa proses *miling* berpengaruh terhadap sifat magnetik bahan (Sri M, 2006).

BAB V

PENUTUP

A. Kesimpulan

Berdasarkan hasil penelitian yang diperoleh dapat disimpulkan bahwa

1. Ukuran partikel yang diperoleh melalui pengujian dengan PSA berturut-turut untuk sampel FP20, FP30 dan FP60 yaitu 8,295 nm, 7,93 nm dan 6,357 nm. Dari ini dapat disimpulkan bahwa semakin lama waktu *milling* maka ukuran partikel akan semakin kecil.
2. Berdasarkan hasil XRD dengan metoda *Rietveld* untuk sampel FP20 dan FP30 terdapat dua fasa yaitu Fe dan Fe_3O_4 sedangkan pada sampel FP60 terdapat tiga fasa yaitu Fe, Fe_3O_4 dan Fe_2O_3 . Dari data yang terlihat bahwa semakin lama waktu *milling* maka jumlah fasa akan semakin banyak.
3. Berdasarkan hasil uji VSM diperoleh nilai magnetisasi berturut-turut untuk FP20, FP30 dan FP60 yaitu 86,8 emu/gr, 75,23 emu/gr dan 59,23 emu/gr. Dari data yang diperoleh dapat disimpulkan bahwa semakin lama waktu *milling* maka nilai magnetisasi suatu bahan akan semakin menurun.

B. SARAN

Berdasarkan penelitian yang dilakukan, peneliti menemukan beberapa kekurangan yang harus dilengkapi oleh peneliti berikutnya yaitu :

1. Untuk peneliti selanjutnya sebaiknya dilakukan identifikasi terhadap ikatan yang terbentuk pada nanopartikel yang telah ditambahkan surfaktan.
2. Memberikan pengaruh waktu milling yang lebih lama lagi sehingga nantinya dapat dihasilkan suatu nanopartikel yang stabil.

DAFTAR PUSTAKA

- Abolfazl Akbarzadeh, Mohamad Samiei And Soodabeh Davaran. *Nanoscale Research Letters*. **7** (2012) 144
- An-Hui Lu, An-Hui; E. L. Salabas, and Ferdi Schüth (2007). "Magnetic Nanoparticles: Synthesis, Protection, Functionalization, and Application". *Angew. Chem. Int. Ed.* **46** (8): 1222–1244.
- Bijaksana, S. (2002). *Kajian Sifat Magnetik pada Endapan Pasir Besi di Wilayah Cilacap dan Upaya Pemanfaatannya untuk Bahan Industri*. Laporan penelitian Hibah Bersaing. ITB
- Butler, R. F. 1998. *Paleomagnetism Magnetic Domains to Geologic Teranes*. Boston: Blackwell Scientific Publications.
- Callister, William D. Jr. and David G. Rethwisch. 2009. *Materials Science and Engineering*. John Wiley & Sons, Inc
- Chorkendroff, I and J.W. Niemantsverdiel , 2003. *Concepts of Modern Catalysis and Kinetics*. Wiley-VCH GmbH & Co. New York.
- Cullity, B.D. 1956. *Elements of X-ray diffraction*. Associate Professor of Metallurgy University of Notre Dam. Addison-Wesley Publishing Company, Inc.
- Cullity, B.D. 1978. *Elemento f x-ray diffraction*. Depatement of mettallurgi engineering materials science. University of notre dame. Addison publishing company, inc. USA
- Dong-hyunkim, david e. Nikles and christopher s. *Article Synthesis and characterization of multifunctional chitosan- Mnfe₂o₄ nanoparticles for magnetic hyperthermia and drug*. Brazel
- D.K.Kim, Y.Zhang, J.Kehr, T.Klason, B.Bjelke, M.Muhammed, *Journal of Magnetism and Magnetic Materials* 2001,225,256
- Gunawan indra, Hildayati, Sudirman dan Emil Budianto. 2010. *Synthesis and characterization Of natural rubber-silica composite*. BATAN. Kawasan Puspiptek Serpong, Tangerang, Indonesia.
- Hunt, C. P. 1991. *Handbook From The Environmrntal Magnetism Workshop*. Minneapolis: University Of Minnesota.
- H. Lawrence Van Vlack. 1981. *Ilmu dan teknologi bahan*. Erlangga : Jakarta

- Ibnu Suud dan Hufri. 2003. Struktur dan Ikatan Kristal. FMIPA, Universitas Negeri Padang : Padang
- Ihsan, Y. 2006, “*Rancang Bangun dan Karakterisasi Ball Milling Untuk Proses Penghalusan Serbuk Bahan Magnetik*”, Tugas Akhir. Semarang:Universitas Negeri Semarang.
- Kenyar, Diah Nindia Hermanus. 2012. *Sintesis dan karakterisasi nanopartikel ekstrak kulit kayu mahoni sebagai bahan suplemen antihiperkolesterolemia*. FMIPA, ITB : Bogor
- Kim, DK, G.; Mikhaylova, M et al. (2003). "Anchoring of Phosphonate and Phosphinate Coupling Molecules on Titania Particles". *Chemistry of Materials* **15** (8): 1617–1627.
- Kittel Charles. 2005. *Infroduction to Solid State Physics. Eighth Edition*. John wiley and sons, Inc. ISBN 0-471-41526-X. University of California, Berkeley.
- Kumar, c.s.s.r., hormes, j., danleuschner. 2005. *Nano fabrication towards biomedical applications*. Wile-vchverlaggmbh& co. Kгаа, weinheim :germany.
- Mangonon. P.L, 1999 .’ The Principles of materials Selection for Engineering Design’, Printice-Hall International,Inc. Hal- 29 -81.
- Mohanraj VJ, Chen Y. 2006. Nanoparticles-A review.*J PharmaceutRes*5:561-573.
- Mujamilah, Ridwan, M.Refai Muslih, Setyo Purwanto, M.I.Maya Febri, Yohannes, A.M, Eddy Santoso, Herry Mugihardjo .2000. *Vibrating Sample Magnetometer (VSM) tipe Oxford VSM1. 2. H.BATAN*
- Mujamilah, Grace Tj. Sulungbudi, Engkir Sukirman, Yosef Sarwanto, Eko Yudho P. 2012. *Struktur dan Sifat Magnetik Nanopartikel Magnetik (Fe-r) (R : Fe, Tb, Dy,Co)*. Pt Bin BATAN
- Nurul T. R, Agus S. W, Alfian N, Wahyu B. W, Suryadi, Djandjani. ’*HEM type E3D, Mesin Penghancur Partikel Berenergi Tinggi dan Metodanya*’, *Alat Pembuat Fungsional Nanomaterial dengan Gerakan Ellips 3 Dimensi*. Paten No. P00200700207
- prabhuBalaji. 2005. *Characterization of al-al2o3 nanocompositesSynthesized by high-energymilling*. Tesis. India

- P. Bal'az. 2008. *mechanochemistry in nanoscience and minerals engineering*, High energy milling. c springer-verlag berlin Heidelberg. Berlin
- Rethiwsch, G. David. 2007. Departement Of metallurgical engineering the university of Utah with sperial contribution. John Wiley and Sons, inc. Amerika Serikat.
- Ridwan. 2007. *Analisis Efek Milling terhadap sifat magnetik Fe*. Pt Bin Batan, Tangerang.
- Rochman, N.T., 2009, "Alat Pembuat Nanopartikel Made In Indonesia", Nano Indonesia, hlm 1
- Roduner, Emil *Chem. Soc. Rev.*, **35** (2006) 583-592
- Saragi. 2010. *Momen magnet Hysteresis loop*. Universitas Padjajaran : Bandung
<http://blogs.phys.unpad.ac.id/saragi/files/2010/02/Momen-Magnet-Hysteresis-Loop.pdf>
- Sasikumar C. *The effect of mechanical Activation on energetics and Dissolution kinetics of indian beach Sand ilmenite*. Department of metallurgical engineering Institute of technology : Banaras hindu university
- Septiyan, irfan. 2010. *Pengaruh milling terhadap peningkatan kualitas pasir besi sebagai bahan baku industry logam*. UIN Syarif Hidayatullah : Jakarta.
- Siti Wardiyati,dan E.Sukirman. 2013. *Pengaruh penambahan carbon aktif pada Struktur kristal dan magnetisasi partikel nano Fe_3O_4* . Pt Bin Batan : Tangerang.
- Sri mulyaningsih, Setyo Purwanto, Wisnu Ari Adi dan Mujamilah. 2006. *Pengaruh Milling Terhadap Struktur, Fasa dan Sifat Magnetik Sistem Komposit Co-Al*. Jurnal SainsMateri Indonesia. Edisi Khusus Oktober 2006, hal : 290 – 294. ISSN : 1411-1098. Pusat Teknologi Bahan Industri Nuklir (PTBIN)-BATAN.
- Smallman R.E. dan R.J. Bishop,1999. " *Metalurgi Fisik Moderen dan Rekayasa Material* ' Erlangga. Jakarta.
- Sudarmo, unggul. 2006. *Kimia untuk SMA kelas XII*. Jakarta : Erlangga.
- Sudaryatno S, Ning Utari. 2010. Mengenal Sifat-Sifat Material, Struktur Kristal dan Nonkristal. <http://blogs.unpad.ac.id/tresna09/files/2013/06/Sel-Unit.jpg>
- Suryanarayana. 2001. *Mechanical alloying and milling*. Department of metallurgical and materials engineering, colorado school of mines, golden, Co 80401-1887. USA

- Suryanarayana. 1998. X ray Diffraction A partical Approach. Pleneus : New York.
- Suwarno hadi, 2009. *Sintesis paduan nanopartikel Fe-Ti Hibrid dan tinjauan termodianmiknya*. Batan : Tangerang selatan Banten
- Thakur prada Yadav, Ram Manohar Yadav, Dinesh Pratap Singh. 2012 *Nanosciene and Nanotechnology*. 2(3) 22-48.
- V. M. Chakka, b. Altuncevahir, z. Q. Jin, y. Li, and j. P. Liua. 2005.
Magnetic nanoparticles produced by surfactant-assisted ball milling.
Department of physics, the university of texas at arlington, arlington, texas
- Wardiyati, siti dkk. 2007. *Sintesis nanopartikel oksida besi dengan surfaktan cetyltrimethyl ammonium bromide (CTAB)*. Pt Bin : BATAN
- Yoshikazu todaka, masahidenakamura, satoasihattori, koichitsuchiya and minoruumemoto. 2003. *Synthesis of ferrite nanoparticles by mechanochemicalprocessing Using a ball mill*. Department of production systems engineering, toyohashi university of technology. toyohashi 441-8580.japan
- Yulianto, A. S. Bijaksana, W. Loeksmato, (2002). *Karakterisasi magnetik dari pasir besi Cilacap*. Jurnal Fisika Himpunan Fisika Indonesia vol A5 no 0527.