

**PENGARUH WAKTU MILLING TERHADAP STRUKTUR DAN UKURAN
BUTIR NANO *QUARTZ* DARI NAGARI SARUASO KABUPATEN TANAH
DATAR**

SKRIPSI

Diajukan Sebagai Salah Satu Persyaratan Memperoleh Gelar Sarjana Sains



Oleh:
Yuni Zahara
1201445

**PROGRAM STUDI FISIKA
JURUSAN FISIKA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS NEGERI PADANG
2016**

PERSETUJUAN SKRIPSI

Judul : Pengaruh Waktu Milling Terhadap Struktur Dan Ukuran Butir
Nano *Quartz* Dari Nagari Saruaso Kabupaten Tanah Datar

Nama : Yuni Zahara

Nim : 1201445

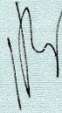
Program Studi : Fisika

Fakultas : Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam

Padang, Agustus 2016

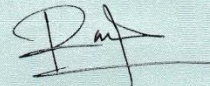
Disetujui Oleh:

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 dan Ukuran Butir Nano *Quartz* Dari Nagari Saruaso Kabupaten Tanah Datar

Nama : Yuni Zahara

NIM/TM : 1201445/ 2012

Program Studi : Fisika

Jurusan : Fisika

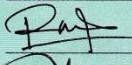
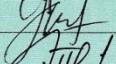
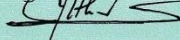
Fakultas : Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam

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. 

PERTANYAAN

Dengan ini saya menyatakan bahwa :

1. Karya tulis saya, tugas akhir berupa skripsi dengan judul Pengaruh Waktu Milling Terhadap Struktur Dan Ukuran Butir Nano *Quartz* Dari Nagari Saruaso Kabupaten Tanah Datar;
2. Karya tulis ini murni gagasan, rumusan dan penelitian saya sendiri, tanpa bantuan pihak lain, kecuali dari pembimbing;
3. Di dalam karya tulis ini, tidak terdapat karya atau pendapat yang telah ditulis atau dipublikasikan orang lain, kecuali secara tertulis dengan jelas dicantumkan sebagai acuan di dalam naskah dengan menyebutkan pengarang dan dicantumkan pada kepustakaan;
4. Pertanyaan ini saya buat dengan sesungguhnya dan apabila terdapat penyimpangan di dalam pertanyaan ini, saya bersedia menerima sanksi akademik berupa pencabutan gelar yang telah diperoleh karena karya tulis, serta sanksi lainnya sesuai norma dan ketentuan hukum yang berlaku;

Padang, Agustus 2016

Yang membuat pertanyaan



ABSTRAK

Yuni Zahara : Pengaruh Waktu *Milling* Terhadap Struktur Dan Ukuran Butir Nano Quartz Dari Nagari Saruaso Kabupaten Tanah Datar

Indonesia memiliki potensi alam yang melimpah, salah satunya adalah bahan tambang mineral silika. Silika bisa memiliki nilai jual yang tinggi dalam dunia industri besi baja dengan mengubah kualitasnya dalam nanomaterial. Metode yang dapat dilaksanakan dalam pembuatan nanomaterial salah satunya adalah *High Energy Milling 3D Motion*. Tujuan penelitian ini adalah untuk menyelidiki pengaruh waktu milling terhadap struktur nano *quartz* dalam bentuk struktur kristal, ukuran kristal, ukuran butir, dan morfologinya.

Penelitian ini merupakan penelitian eksperimen yang dilaksanakan di Laboratorium Material Jurusan Fisika FMIPA UNP dan Laboratorium Geologi Pusat Penelitian dan Pengembangan Geologi Kelautan (PPPGL) Bandung. Pada penelitian dilakukan variasi waktu milling yaitu 6 jam, 12 jam, 24 jam dan 30 jam menggunakan *High Energy Milling* (HEM) untuk karakterisasi mendapatkan butiran *quartz* dalam bentuk nanopartikel. *X-Ray Diffraction* (XRD) digunakan melihat struktur kristal, ukuran kristal dan *Scanning Electron Microscopic* (SEM) untuk melihat ukuran butir serta morfologi dari *quartz*.

Hasil penelitian memperlihatkan bahwa untuk waktu *milling* 6, 12, 24 jam dan 30 jam didapatkan struktur kristal *Hexagonal*. Pengaruh waktu milling 6 jam, 12 jam, 24 jam dan 30 jam di dapatkan ukuran kristal pada sampel *quartz* sekitar 164 nm, 123 nm, 79 nm, dan 68 nm. Pengaruh waktu milling terhadap ukuran butir serta morfologi nanopartikel *quartz* menyebabkan perubahan pada ukuran butir. Ukuran butir berturut-turut yaitu sebesar 464 nm, 380 nm, 345 nm, dan 293 nm. Bentuk morfologi homogeny merata diseluruh permukaan.

Kata Kunci : Pasir Kuarsa, *Quartz*, *High Energy Milling* (HEM), Struktur Kristal, Ukuran Butir

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 Nano *Quartz* Di Nagari Saruaso Kabupaten Tanah Datar”. Skripsi ini merupakan bagian dari **Penelitian Masterplan Percepatan dan Perluasan Pembangunan Ekonomi Indonesia (MP3EI)** atas nama Dr. Ahmad Fauzi M.Si dan Dr. Ratnawulan M.Si dengan judul “*Ekspolarasi Dan Pengembangan Nilai Tambah Mineral Ekonomis Sumatera Barat Menjadi Produk Nanomaterial Substitusi Impor Yang Mendukung Industri Nasional*”.

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

1. Ibu Dr. Hj.Ratnawulan, M.Si., sebagai Ketua Jurusan Fisika FMIPA UNP, sebagai pembimbing I, serta penasehat akademik yang telah banyak meluangkan waktu, pikiran, saran dan tenaga serta kesabarannya untuk membimbing penulis dalam kegiatan penelitian dan penulisan skripsi ini.
2. Bapak Dr. Ramli,S.Pd, M.Si., sebagai pembimbing II yang telah banyak memberikan bantuan, bimbingan dan saran serta kesabarannya sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi ini.

3. Bapak Dr. H.Ahmad Fauzi, M.Si., Bapak Yohandri,Ph.D., Bapak Zulhendri Kamus,S.Pd, M.Si., selaku penguji pada skripsi ini.
4. Bapak Pakhrur Razi, S.Pd, M.Si., sebagai penasehat akademik yang telah banyak memberikan masukan dan motivasi kepada penulis.
5. Bapak Yohandri,M.Si, Ph.D., sebagai Sekretaris Jurusan Fisika FMIPA UNP.
6. Ibu Syafriani,M.Si.Ph.D., sebagai ketua Program Studi Fisika FMIPA UNP.
7. Seluruh Staf pengajar Jurusan Fisika yang telah membekali penulis dengan berbagai ilmu dan pengetahuan selama masa perkuliahan.
8. Seluruh Staf administrasi dan Laboran Jurusan Fisika Fmipa UNP.
9. Rekan-rekan mahasiswa jurusan Fisika FMIPA UNP yang selalu memotivasi penulis dalam menyelesaikan skripsi ini.
10. Kedua orang tua dan semua anggota keluarga atas bantuan moril dan materil serta pengertian yang besar, juga motivasi dan dorongan serta doa yang tulus yang diberikan kepada penulis selama proses penelitian dan penulisan skripsi ini.
11. Semua pihak yang telah membantu penulis untuk mewujudkan dan menyelesaikan studi yang tidak bisa penulis sebutkan satu persatu.

Penulis menyadari bahwa dalam tulisan skripsi ini masih banyak terdapat kesalahan dan kelemahan. Untuk itu diharapkan kritik dan saran yang bersifat membangun demi kesempurnaan skripsi ini. Penulis berharap mudah-mudahan skripsi ini berguna bagi kita semua. Semoga semua bantuan, kritik dan saran yang telah diberikan menjadikan masukan positif bagi penulis.

Padang,Agustus 2016

Penulis

DAFTAR ISI

ABSTRAK	i
KATA PENGANTAR.....	ii
DAFTAR ISI.....	iv
DAFTAR GAMBAR.....	v
DAFTAR TABEL	vii
DAFTAR LAMPIRAN	viii
BAB I PENDAHULUAN.....	1
A. Latar Belakang Masalah	1
B. Rumusan Masalah.....	5
C. Batasan Masalah	5
D. Tujuan Penelitian.....	6
E. Manfaat Penelitian.....	6
BAB II TINJAUAN PUSTAKA.....	7
A. Potensi Mineral Silika di Kabupaten Tanah Datar	7
B. Silika	8
C. Fasa <i>Quartz</i>	10
D. Nanopartikel <i>Quartz</i>	14
E. Sintesis Nanopartikel.....	16
F. Pengaruh Waktu Milling Terhadap Ukuran Butir Kristal	18
G. Pengaruh Waktu Milling Terhadap Ukuran Butir dan Morfologi Permuakaan	24
H. Kristal.....	28

I. HEM-E 3D.....	32
J. XRD(X-ray Diffraction).....	34
K. SEM(Scanning Electron Magnetic).....	36
BAB III METODOLOGI PENELITIAN	39
A. Rancangan Penelitian	39
B. Waktu danTempat Penelitian	39
C. Variabel Penelitian	40
D. Prosedur Penelitian.....	40
BAB IV HASIL PENELITIAN DAN PEMBAHASAN.....	55
A. Hasil Penelitian	55
B. Pembahasan.....	72
BAB V PENUTUP.....	77
A. Kesimpulan	77
B. Saran.....	78
DAFTAR PUSTAKA	79
LAMPIRAN	

DAFTAR GAMBAR

Gambar 1. Struktur Kristal Silikon Dioksida	8
Gambar 2. Bentuk Fasa Dari Kristal Silika	9
Gambar 3. Analisa Hasil Pengukuran XRD.....	12
Gambar 4. Dua Pendekatan Sintesis Nanopartikel	17
Gambar 5. Hambatan Energi Yang Memisahkan Keadaan Struktual	19
Gambar 6. Pola Difraksi LFP	20
Gambar 7. Hasil Uji XRD	21
Gambar 8. Grafik Ukuran Kristal Sintering	23
Gambar 9. Proses Difusi Atom.....	24
Gambar 10. Perubahan Ukuran Serbuk	25
Gambar 11. Hasil SEM Sintesis Nanopartikel	26
Gambar 12. Foto SEM	27
Gambar 13. <i>High Energy Milling Ellipse 3D</i>	32
Gambar 14. Konsep Penghancuran Partikel	33
Gambar 15. Difraksi Bidang Kisi.....	35
Gambar 16. Skema SEM	37
Gambar 17. Quartz Kalsinasi Suhu 26°C	41
Gambar 18. Neraca Analitik.....	41
Gambar 19. HEM-E3D.....	42
Gambar 20 XRD.....	43
Gambar 21 Bola-Bola Milling.....	44
Gambar 22. Vial Tabung Jar	44
Gaambar 23. Hasil Milling 6 Jam.....	46
Gambar 24. Hasil Milling 12 Jam	47
Gambar 25. Hasil Milling 24 Jam	48
Gambar 26. Hasil Milling 30 Jam	49
Gambar 27. Prinsip Kerja XRD.....	50

Gambar 28. Hasil Pengukuran Berupa Difraktogram.....	51
Gambar 29. Foto SEM.....	52
Gambar 30. Diagram Alir Penelitian.....	54
Gambar 31. Pola Difraksi Waktu Milling 6 Jam.....	55
Gambar 32. Pola Difraksi Waktu Milling 12 Jam.....	57
Gambar 33. Pola Difraksi Waktu Milling 24 Jam.....	58
Gambar 34. Pola Difraksi Waktu Milling 30 Jam.....	60
Gambar 35. Citra SEM Milling 6 Jam.....	61
Gambar 36. Citra SEM Milling 12 Jam.....	62
Gambar 37. Citra SEM Milling 24 Jam.....	63
Gambar 38. Citra SEM Milling 30 Jam.....	64
Gambar 39. Pola Difraksi Waktu Milling 6 Jam.....	64
Gambar 40. Pola Difraksi Waktu Milling 12 Jam.....	65
Gambar 41. Pola Difraksi Waktu Milling 24 Jam.....	65
Gambar 42. Pola Difraksi Waktu Milling 30 Jam.....	66
Gambar 43. Pola Difraksi Waktu Milling 6, 12,24,30 Jam.....	67
Gambar 44. Grafik Perubahan Ukuran Kristal	70
Gambar 45. Grafik Perubahan Ukuran Butir.....	72

DAFTAR TABEL

Tabel 1. Kandungan Pasir Kuarsa	10
Tabel 2. Fasa Silika	11
Tabel 3. Analisis Data XRD	22
Tabel 4. Sistem Kristal	29
Tabel 5. Data Hasil Pengukuran <i>Milling</i> 6 Jam.....	56
Tabel 6. Data Hasil Pengukuran <i>Milling</i> 12 Jam	57
Tabel 7. Data Hasil Pengukuran <i>Milling</i> 24 Jam	59
Tabel 8. Data Hasil Pengukuran <i>Milling</i> 30 Jam	60
Tabel 9. Struktur <i>Quartz</i> Dengan Variasi Waktu <i>Milling</i>	68
Tabel 10. Penelitian Nanopartikel Yang Dilakukan	75

DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1 Data Base Hasil XRD.	82
--------------------------------------	----

BAB I

PENDAHULUAN

A. Latar Belakang

Indonesia memiliki potensi alam yang melimpah, salah satunya adalah bahan tambang mineral silika. Silika merupakan jenis logam oksida golongan IV yang memiliki ketahanan abrasi yang baik, isolator tinggi dan stabilitas termal tinggi. Pengelolaan sumber daya mineral dapat dilakukan dengan menggali potensi-potensi mineral yang ada serta mengetahui kandungan di dalam sumber daya mineral tersebut. Identifikasi jenis mineral penting dilakukan untuk investasi kekayaan alam yang nantinya akan berdampak pada percepatan dan perluasan pembangunan ekonomi masyarakat (Ratnawulan, 2013). Salah satu kekayaan alam tersebut adalah silika yang juga terdapat di Sumatera Barat.

Sumatera Barat banyak terdapat kandungan silika adalah di Nagari Saruaso Kabupaten Tanah Datar. Hasil dari penelitian Haswati (2014) Nagari Saruaso Kabupaten Tanah Datar memiliki kandungan silika pada pasir kuarsa setelah pemurnian adalah 88.957%.. Kandungan mineral silika seperti *quartz*, *cristobalite*, dan *trydmite* yang ada pada silika memiliki potensi untuk dikembangkan.

Penelitian sebelumnya pernah dilakukan oleh Munasir dkk.,(2012) dalam penelitiannya tentang uji XRD dan XRF pada bahan mineral sebagai sumber material cerdas (CaCO_3 dan SiO_2) mengambil pasir kuarsa dari daerah Tuban dan Sumenep Jawa Timur dengan kemurnian oksida *quartz* (SiO_2) yaitu 76 %. Kelemahannya

ukuran masih mikro sehingga perlu dilakukan pemilihan metode sintesis untuk menghasilkan material (CaCO_3 dan SiO_2) dengan ukuran nano. Sehingga dari penelitian yang telah dilakukan sebelumnya dapat dilihat setiap kawasan memiliki kadar kandungan mineral oksida yang berbeda-beda dalam setiap sampel pasir kuarsa. Silika di daerah ini hanya digunakan dalam keadaan mentah (*raw material*) menyebabkan nilai jualnya yang rendah. Silika memiliki nilai jual yang tinggi dalam dunia industri dengan merubah kualitas silika kedalam bentuk nanomaterial. Nanomaterial adalah pembuatan partikel kedalam ukuran yang kurang dari 100 nm dan mengubah sifat atau fungsi dari material. Nanomaterial memiliki keuntungan diantaranya memiliki ukuran yang lebih kecil dari 100 nm, mudah menyerap, dan memiliki luas permukaan sentuh yang lebih besar (Rawat et. al, 2006).

Penelitian mengenai nanomaterial penting dilakukan, berdasarkan informasi dari departemen energi dan sumber daya mineral tentang adanya peraturan perundang-undangan mineral dan batubara (UU Minerba) no. 4 tahun 2009, mengandung misi peningkatan nilai tambah di dalam negeri. Perusahaan tambang diwajibkan mengolah hasil tambang di dalam negeri sekaligus melarang ekspor *raw material* (bahan mentah) dan mengolah sendiri bahan material tersebut di wilayah yang bersangkutan.

Manfaat *quartz* dalam bentuk nanopartikel untuk bahan industri besi baja seperti industri konstruksi pada bahan bangunan agar baja yang dilapisi lebih tahan dalam produksi bangunan, meningkatkan daya tahan, mengurangi jejak karbon bangunan dan anti korosi (Anwar et.al, 2014). Semakin kecil ukuran butir maka

semakin kuat baja yang dilapisi dan ketahanan korosi akan semakin meningkat (Radu, 2011).

Penelitian-penelitian nanopartikel yang telah dilakukan oleh Nittaya (2008) ukuran nano sintesis silika dari bahan sekam padi dengan metode kopresipitasi menghasilkan silika berukuran 50 nm. Kelemahan metode kopresipitasi adalah suhu yang digunakan harus rendah dan waktu *milling* yang singkat.

Partikel nano yang berkualitas tergantung pada waktu *milling*, berdasarkan penelitian Sanskriti (2015) dalam penelitiannya melakukan sintesis nano *quartz* dengan teknik *High Energy Planetary Ball Mill*. Dalam proses yang dilakukan memakai bola-bola karbit tungsten dengan kecepatan yang digunakan sebesar 350 rpm dan perbandingan berat bola-bola sekitar 10:1 dari total waktu *milling* selama 48 jam. Proses *milling* pada nano *quartz* dengan waktu 6 jam, 12 jam, 24 jam, dan 48 jam didapatkan ukuran kristal rata-rata sekitar 39.41 nm dan ukuran butir untuk variasi waktu *milling* yaitu 490nm, 422nm, 133nm, 87nm. Waktu *milling* 24 jam dan 48 jam didapatkan intensitas puncaknya menurun dan agak melebar. Penurunan dan pelebaran puncak ukuran butir yang mengecil akibat adanya deformasi mekanisme yang hebat selama proses *milling*. Selama proses ini terjadi tumbukan yang hebat, sehingga dari tumbukkan itu akan dihasilkan energi tumbukan yang dapat memperkecil ukuran butir. Kelemahan dari penelitian ini bahan yang digunakan sintetis dimana bahan sintesis yang membutuhkan waktu yang cukup lama, memerlukan biaya, dan perlakuan secara kimia untuk mendapatkan ukuran nanopartikel.

Penelitian yang sudah dilakukan sebelumnya oleh Haswati (2014) pada temperatur 26°C dalam keadaan temperatur ruangan didapatkan fasa *Quartz yang* mendominasi namun masih dalam ukuran mikro. Untuk merubah ukuran mikro ke dalam ukuran nanopartikel dapat digunakan beberapa metode diantaranya metode *hidrotermal*, metode *sol-gel*, *sintesis*, *penguapan fisika dan kimia*, dan lain-lainya. Setiap metode memiliki kelebihan dan kekurangan masing-masing, dimana semua metode yang digunakan dapat membuat nanopartikel *quartz*. Sering waktu telah dikembangkan alat untuk menghasilkan material dalam ukuran nano yang disebut *Ball Mill*.

Penelitian ini alat yang akan digunakan untuk menjadikan batuan silika menjadi nanopartikel adalah alat *Ball Mill High Energy Milling Ellipse 3D Motion* (HEM-E 3D). *High Energy Milling Ellipse 3D Motion* (HEM-E 3D) adalah teknik yang menggunakan energi tumbukkan antara bola-bola penghancur dan dinding *chamber* yang diputar dan digerakkan. Dengan adanya alat ini akan semakin mempermudah untuk menjadikan silika dalam bentuk nanopartikel. Dengan metode ini diharapkan Masterplan Percepatan dan Perluasan Pembangunan Ekonomi Indonesia (MP3EI) 2011-2015 dapat dilaksanakan untuk mempercepat dan memperkuat pembangunan ekonomi di wilayah ke Sumatera dimana industri besi baja merupakan salah satu focus MP3EInya.

Berdasarkan penelitian yang sudah dilakukan oleh Haswati (2014) maka perlu dilakukan penelitian terhadap sifat struktur nano *quartz* akibat pengaruh waktu *milling* dengan menggunakan metode *high energy milling*.

B. Rumusan Masalah

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

1. Bagaimana pengaruh waktu *milling* terhadap struktur nano *quartz* ?
2. Bagaimana pengaruh waktu *milling* terhadap ukuran kristal nano *quartz*?
3. Bagaimana pengaruh waktu *milling* terhadap ukuran butir serta morfologi nano *quartz* ?

C. Batasan Masalah

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

1. Variasi waktu *milling* : 6 jam, 12 jam, 24 jam, dan 30 jam
2. *Quartz* yang diperoleh pada temperature ruangan 26° C.
3. Struktur nano *quartz* ditinjau dari
 - a. Struktur kristal *quartz* (α , β , γ , a, b, c, grup ruang, dan sistem kristal).
 - b. Ukuran kristal *quartz*
 - c. Ukuran butir dan Morfologi *quartz*.

D. Tujuan Penelitian

Adapun tujuan dari penelitian ini adalah sebagai berikut :

1. Menyelidiki pengaruh waktu *milling* terhadap struktur nano *quartz*.
2. Menyelidiki pengaruh waktu *milling* terhadap ukuran kristal nano *quartz*.
3. Menyelidiki pengaruh waktu *milling* terhadap ukuran butir serta morfologi nano *quartz*.

E. Manfaat Penelitian

Adapun manfaat yang diharapkan dari penelitian ini adalah:

1. Bagi Penulis
 - a. Sebagai syarat untuk menyelesaikan program S1 di Jurusan Fisika Universitas Negeri Padang.
 - b. Mengetahui pengaruh waktu *milling* terhadap struktur nano *quartz*.
2. Bagi Pembaca
 - a. Menambah pengetahuan pembaca tentang pengaruh waktu *milling* terhadap nano *quartz*.
 - b. Menjadi tambahan literatur untuk peneliti selanjutnya.

BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

A. Potensi Mineral Silika di Kabupaten Tanah Datar

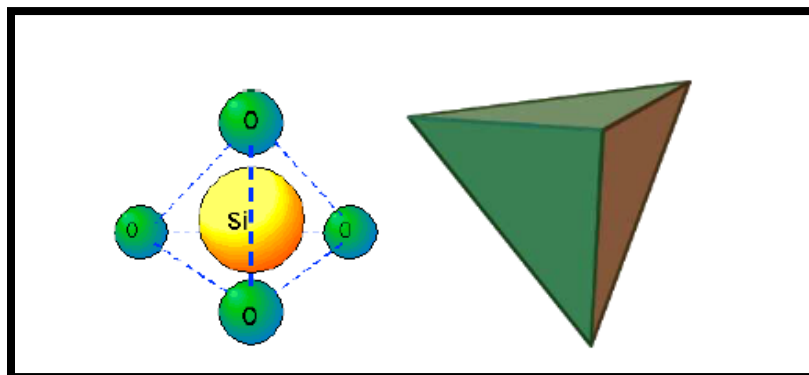
Kabupaten Tanah Datar dengan ibukota kabupaten Batusangkar, terletak di sebelah timur laut Kota Padang, dapat dicapai dengan kendaraan roda empat melalui jalan raya propinsi yang cukup baik sejauh 73 Km ke kota Padang Panjang dan 30 Km ke Batusangkar. Secara geografi terletak di antara $100^{\circ} 19' - 100^{\circ} 51'$ Bujur Timur dan $00^{\circ} 17' - 0^{\circ} 40'$ Lintang Selatan. Sebelah utara berbatasan dengan Kabupaten Lima Puluh Koto, sebelah selatan berbatasan dengan Kabupaten Pasaman dan Kabupaten Solok, sebelah timur dengan Kota Sawahlunto dan sebelah barat dengan Kabupaten Agam.

Morfologi wilayah Tanah Datar terdiri dari perbukitan dan dataran rendah. Morfologi perbukitan dicirikan dengan adanya lembah dan lereng yang terjal dengan puncak puncak bukit yang menonjol, terutama pada daerah - daerah yang ditempati oleh batuan konglomerat dan vulkanik. Morfologi karst merupakan morfologi perbukitan terjal yang khas terdapat di daerah batu gamping, morfologi ini terbentang sesuai dengan sebaran batu gamping yang banyak terdapat di wilayah ini seperti di daerah Lintau buo, Pamusihan, Rao-Rao (Sjahril, 2002). Morfologi Daerah Tanah Datar dengan struktur alam yang berbeda-beda. Struktur yang terdapat di wilayah ini terutama adalah sesar, patahan dan perlipatan. Morfologi alam yang membuat daerah bagian kabupaten Tanah Datar memiliki banyak bahan galian.

Pasir kuarsa terdapat di daerah Kecamatan Tanjung Emas, Kanagarian Saruaso. Saruaso adalah suatu nagari yang terletak di Kabupaten Tanah Datar Provinsi Sumatera Barat yang memiliki salah satu potensi terbesar pasir kuarsa di Indonesia.

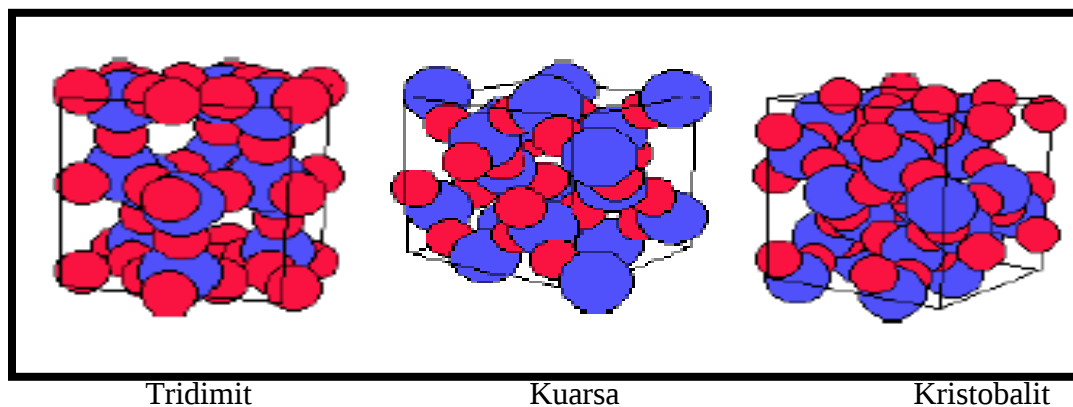
B. Silika

Silika (SiO_2) adalah senyawa yang ditemui dalam bahan galian yang disebut pasir kuarsa, terdiri atas kristal-kristal silika (SiO_2) dan mengandung senyawa pengotor yang terbawa selama proses pengendapan. Silika memiliki 2 struktur yaitu berupa silika amorf dan kristal. Struktur atomik dari kuarsa adalah tetrahidron yang satu atom silikon dikelilingi empat atom oksigen. Silika yang memiliki empat atom oksigen terikat pada Si yang membentuk akan membentuk tetrahedral seperti terlihat pada Gambar 1. Pada temperatur kamar, satuan tetrahedral dari silika akan tersusun dalam suatu susunan heksagonal dengan kata lain memiliki sistem kristal berupa heksagonal (Horacio, 2006).



Gambar 1. Struktur Kristal Silikon Dioksida (Sumber : Rahmawati, 2008)

SiO_2 mempunyai beberapa struktur Kristal. Struktur jaringan silika dapat dibentuk pada temperatur tinggi. Struktur jaringan silika yang umum ialah kuarsa, tridimit, dan kristobalit. Ketiga dari struktur silika tersebut merupakan perubahan fasa dari stuktur kristal silika. Selain tiga fasa tersebut, silika memiliki beberapa fasa lainnya yang bisa ditemukan. Gambar 2 merupakan fasa dari struktur kristal silika. Sedangkan struktur bersifat ganda dan struktur jaringannya berikatan silang silika dapat berguna untuk pemakaian tertentu karena nilai muainya rendah. Akan tetapi sulit dibentuk karena viskositas tinggi (Van Vlack:1995).



Gambar 2. Bentuk Fasa Dari Kristal Silika (Sumber : Van Vlack, 1995)

Penelitian Haswati (2014) diketahui hasil karakterisasi menggunakan XRF untuk sampel pasir kuarsa yang terdapat di daerah Nagari Saruaso Kabupaten Tanah Datar Sumatera Barat setelah dimurnikan. Hasil dapat dilihat pada Tabel 1.

Tabel 1. Kandungan Pasir Kuarsa

No	Unsur	Kandungan (%)
1	Si	88,957
2	Al	8,577
3	K	1,219
4	P	0,359

(Sumber : Haswati, 2014)

Data analisis XRF memperlihatkan kadar dari kandungan sampel pasir kuarsa. Kandungan unsur penyusun pasir kuarsa yang paling mengalami peningkatan adalah unsur Si sebesar 88,957 % karena Si merupakan pembentuk utama dari pasir kuarsa. Setelah itu terlihat unsur Al sebesar 8,557% dan unsur lainnya dimana terlihat bahwa unsur yang paling mengalami penurunan adalah P sebesar 0,359% yang juga mendominasi pada kandungan pasir kuarsa (Haswati,2014).

C. Fasa Quartz

Quartz adalah mineral utama dari silika dan salah satu mineral pembentuk kristal optik. Struktur atomik dari *quartz* adalah tetrahidron yang satu atom silikon yang dikelilingi empat atom oksigen. *Quartz* memiliki struktur Kristal β heksagonal dan α trigonal. *Quartz* banyak dipakai sebagai bahan industri seperti keramik, sebagai bahan anorganik yang bukan logam dan dalam industri baja.

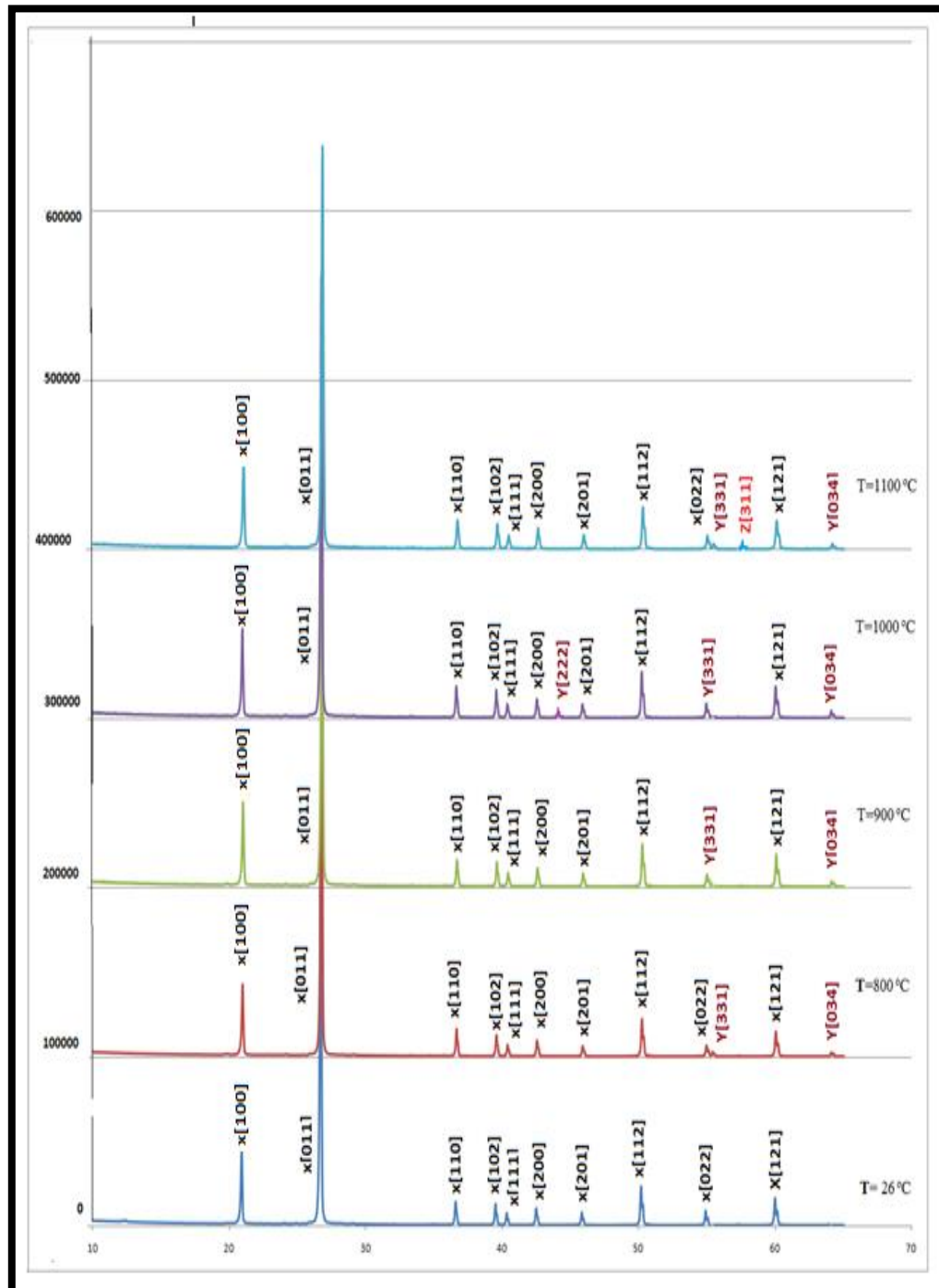
Hal ini juga sesuai dengan penelitian yang telah dilakukan oleh Haswati (2014), dimana didapatkan hasil bahwa fase *quartz* lebih banyak didapatkan setelah melakukan pemanasan pada suhu 26⁰C dan 1100⁰C yang bisa dilihat pada Tabel 2.

Tabel 2. Fasa Silika Yang Terbentuk Pada Masing-Masing Sampel

Temperatur	Fasa <i>quartz</i>	Fasa <i>cristobalite</i>	Fasa <i>tridymite</i>
26 °C	√	-	-
800 °C	√	√	-
900 °C	√	√	-
1000 °C	√	√	-
1100 °C	√	√	√

(Sumber : Haswati, 2014)

Tabel 2 memperlihatkan semua fasa *cristobalite* dan *trydimite* mengalami transformasi secara keseluruhan menjadi *quartz* pada temperature kalsinansi 26°C. Pada temperatur kalsinasi 800°C mulai terjadi perubahan fasa transformasi fasa *tridymite* ke *quartz* dan *cristobalite*. Pada temperature 1100°C terjadi transformasi fasa *quartz*, *cristobalite* dan *tridymite*. Hal ini dapat dilihat pada Gambar 3.



Gambar 3. Analisis Hasil Pengukuran XRD Sampel Variasi Temperatur 26°C, 800°C, 900°C, 1000°C, 1100°C (Haswati, 2014)

Gambar 3 menjelaskan adanya pengaruh temperatur terhadap perubahan fasa silika alam. Pada temperatur 26°C silika berfasa *quartz*. ketika temperatur 800°C tampak muncul fasa baru yaitu *cristobalite* beta dengan bidang hkl [331] dan bidang hkl [034]. Pada temperatur 900 °C terlihat adanya perubahan fasa silika dimana bidang kristal [022] *quartz* hilang atau tidak muncul. Temperatur 1000°C terlihat muncul fasa *cristobalite* beta dengan bidang hkl [222]. Ketika temperatur 1100 °C terjadi penambahan fasa baru yaitu *tridymite* alfa dengan bidang hkl [311] dan muncul kembali bidang kristal *quartz* [022] pada pola difraksi.

Asmuni (2004) pengaruh temperature terhadap struktur silika pada temperatur 28°C, satuan tetrahiral dari silika tersusun dalam suatu susunan heksagonal, tetapi pada temperatur 875 °C kestabilan susunan tertrahidral silika berubah. Struktur temperatur rendah dari silika disebut kuarsa menjadi mineral temperatur tinggi disebut kristobalit. Perubahan dari kuarsa ke tridymit memerlukan perubahan besar dalam susunan kristalnya. Tridymit mengalami dua perubahan pada jangkauan metastabil pada temperature 117 °C. Penelitian Sirin (2009) menjelaskan bahwa pada rentang temperatur 600 – 720°C silika memiliki struktur kristal. Saat temperatur 800-900 °C silika memiliki struktur *quartz* dan ketika temperatur dinaikan menjadi 1000 °C maka akan berubah menjadi *tridymite* dan kristobalit.

D. Nanopartikel Quartz

1. Nanopartikel

Nanopartikel adalah partikel dengan diameter lebih kecil dari 100 nm, nanopartikel banyak digunakan dalam aplikasi yang berbeda, seperti dalam bidang kedokteran dan industri. Sifat khusus dari nanopartikel menawarkan kemajuan baru dalam penemuan berbagai macam obat-obatan (Abhilash, 2010). Pada dasarnya nanopartikel dapat dibagi menjadi dua yaitu nanokristal dan nanocarier.

Nanopartikel memiliki kelebihan yaitu memiliki ukuran yang lebih kecil dari 100 nm, memiliki luas permukaan sentuh yang lebih besar sehingga ikatan antar partikel satu dengan partikel lainnya akan mudah terbentuk, dan jumlah pereaksi lebih besar karena ukurannya yang lebih kecil (Rawat et al., 2006). Nanopartikel dapat diperoleh dari beberapa metode yaitu metode hidrotermal, metode sol-gel, sintesis, milling, proses penguapan fisika dan kimia. Salah satu metode yang dipakai yaitu milling dengan menggunakan alat *High Energy Milling* (HEM) yang merupakan alat penggiling bola yang digunakan untuk melakukan proses pemaduan mekanik skala kecil dalam laboratorium. Milling merupakan salah satu metode untuk menumbuhkan kristal padat tanpa melalui fasa vaporasi atau perlakuan reaksi kimia, seperti yang biasanya memerlukan proses sintesis lainnya.

2. Nanopartikel Quartz

Penelitian yang pernah ada sebelumnya tentang nanopartikel yaitu Premaratne, et al, (2013) membuktikan bahwa sintesis nanosilika dari sekam padi menghasilkan permukaan yang baik. Hasil SEM menunjukkan ukuran partikel

nanosilika sekitar 50-70 nm tanpa penggumpalan. Kekurangan dari metode ini yaitu harus menggunakan zat pencampur lainnya dengan memberikan perlakuan secara kimia.

Lestari dkk., (2013) dalam penelitiannya tentang pengaruh variasi milling time pasir silika terhadap sifat ketahanan korosi komposit pada plat baja menjelaskan bahwa semakin lama waktu milling maka terjadi reduksi ukuran partikel yang semakin besar. Semakin kecil ukuran partikel maka ketahanan korosi komposit akan semakin tinggi. Chrusciel, et.al., (2003) menjelaskan dalam bahwa sintesis nanosilika menggunakan metode sol-gel dan penambahan polimer. Nanosilika ketika bereaksi dengan air akan menghasilkan gugus hidroksil yang dapat bereaksi dengan senyawa organik pada polimer.

3. Aplikasi Nanopartikel *Quartz*

Quartz salah satu bahan galian yang terdiri atas kristal-kristal yang berwarna putih serta sifat-sifat fisik yang unik. Salah satu aplikasi dari nanopartikel *quartz* yaitu dalam industry besi baja. Menurut Anwar et.al, (2014) menyatakan bahwa nanosilika dapat digunakan untuk industry konstruksi pada bahan bangunan agar baja yang dilapisi nanosilika lebih tahan lama. Gamal et.al, (2015) membuktikan bahwa nanosilika dapat digunakan sebagai anti korosi. *Quartz* juga memiliki aplikasi lainnya yaitu sebagai alat optic luminesensi. Sifat *quartz* yang digunakan sebagai alat optik dan fotoluminesensi yaitu *quartz* memiliki sifat kaca yang dapat memantulkan seberkas cahaya yang menghasilkan kaca yang tembus cahaya. Fotoluminesensi adalah pancaran cahaya dari suatu bahan yang tidak panas. Fotoluminesensi dapat

terjadi oleh gerakan subatomik atau tekanan pada kristal yang disebabkan oleh waktu milling yang lama akan menghasilkan temperatur vial jar tinggi. Syarat kandungan kaca silikanya adalah 34,6% dan untuk menghasilkan alat optik dan fotoluminesensi yang bagus (Sanskriti, 2015).

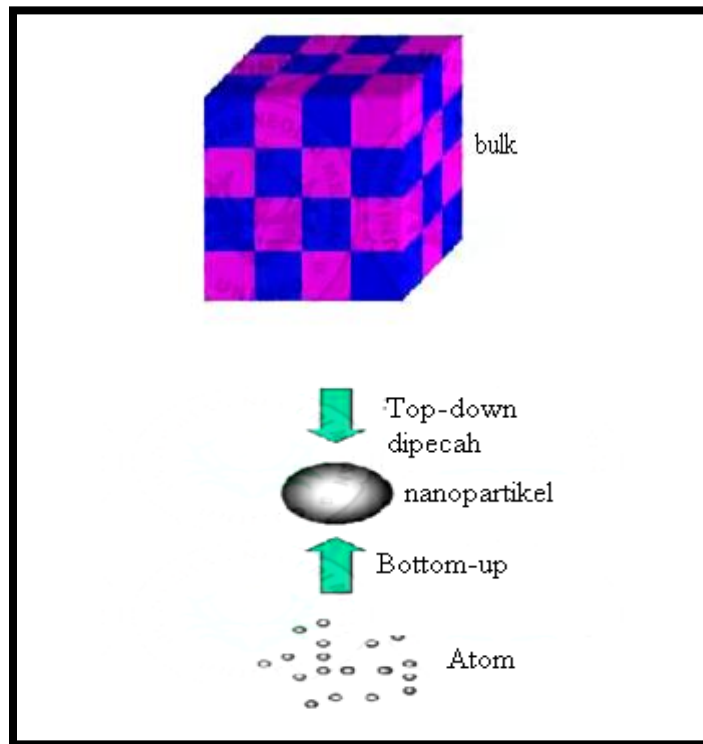
E. Sintesis Nanopartikel

Sintesis dapat dilakukan dalam fasa cair, padat, dan gas. Proses sintesis dapat berlangsung secara fisika dan kimia. Proses sintesis secara fisika terjadi pemecahan material besar menjadi material berukuran nanometer, atau penggabungan material berukuran sangat kecil menjadi partikel berukuran nanometer tanpa mengubah sifat bahan. Sintesis secara kimia melibatkan reaksi kimia dari sejumlah material awal sehingga menghasilkan material baru dalam ukuran nano. (Abdullah, M.dkk. 2008).

Secara umum sintesis nanopartikel akan masuk dalam kelompok besar dengan dua cara yaitu secara *top down* (fisika) dan *bottom up* (kimia). *Top-down* adalah penghancuran dan penghaluskan bubuk sampai berukuran nano meter. Pendekatan *top down* dapat dilakukan dengan teknik *Mechanical Alloying-Powder Metallurgy* dan *Mechanical Milling-Powder Metallurgy*. Mekanisme mechanical alloying, material dihancurkan hingga menjadi bubuk dan dilanjutkan dengan penghalusan butiran partikelnya sampai berukuran nanometer. Kemudian, bubuk yang telah halus disinter hingga didapatkan material final. Contohnya penggerusan dengan alat milling.

Bottom up adalah material yang dibuat dengan menyusun dan mengontrol atom-atom atau molekul-molekul sehingga menjadi bahan yang memenuhi suatu

fungsi. Sintesa nanomaterial dilakukan dengan mereaksikan berbagai larutan kimia dengan langkah-langkah tertentu sehingga terjadi suatu proses larutan yang homogen. Contohnya menggunakan teknik *sol-gel*, *kopresipitasi*, dan *aglomerasi fasa* (Kumar, 2005).

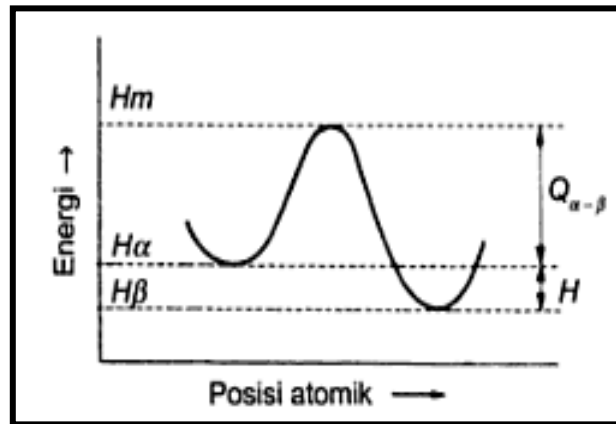


Gambar 4. Dua Pendekatan Sintesis Nanopartikel: *Top Down* Dan *Bottom Up* (Abdullah, M.dkk., 2008).

Gambar 4 menjelaskan tentang suatu material yang dihasilkan nanostruktur maka partikel-partikel penyusunnya harus dilindungi sehingga partikel-partikel dapat digabung menjadi material yang berukuran besar maka sifat individualnya dapat dipertahankan. Sifat material nanostruktur sangat bergantung pada ukuran, komponen kimiawi unsur-unsur penyusun material, keberadaan interface (grain boundary) dan interaksi antar grain penyusun material nanostruktur.

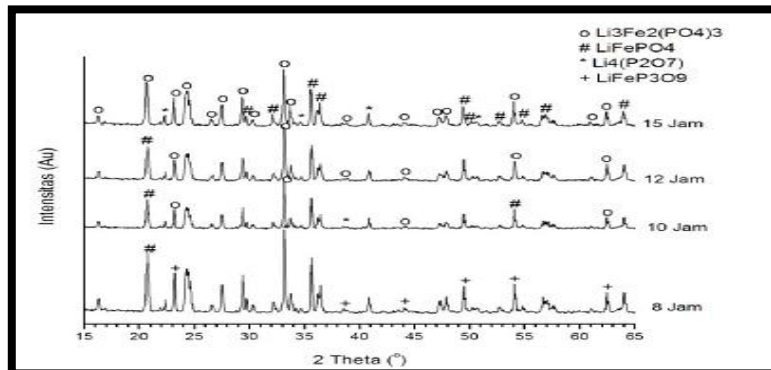
F. Pengaruh Waktu Milling Terhadap Struktur Dan Ukuran Kristal

Pengaruh waktu milling terhadap struktur dan ukuran kristal memiliki beberapa faktor dalam membentuk suatu material menjadi homogen. Proses ini akan mempengaruhi perubahan penyusun atom sehingga dapat mempengaruhi struktur kristal dan ukuran kristal. Temperature milling akan mempengaruhi serbuk yang terjadi di dalam tabung jar. Saat serbuk yang telah mengalami milling terlalu lama akan menyebabkan panas kemudian didinginkan secara perlahan maka atom-atom dalam bahan tersebut dapat tersusun secara teratur menempati kisi-kisinya membentuk suatu kristal. Pergerakan dari atom-atom akan mempengaruhi dari struktur kristal yang telah dipanaskan. Sehingga akan terjadi dua fasa yang terbentuk tergantung perubahan atom-atom yang terjadi. Jumlah fasa kristalin memiliki cukup banyak kombinasi atom-atomnya atau kelompok-kelompok atom. Fasa amorf relatif sedikit karena tidak memiliki tatanan rentang-panjang dan susunan atomnya tidak jelas. Perbedaan fasa yang terjadi tidak lepas dari pengaruh energi yang dimiliki atom-atom untuk proses difusi. Atom-atom yang berdifusi dapat berpindah dari suatu lokasi kisi-fasa α ke kisi fasa b. Perpindahan atom-atom ini dapat terjadi, apabila atom tersebut memiliki energi untuk melewati hambatan potensial seperti yang ditampilkan pada Gambar 5.



Gambar 5. Hambatan Energi Yang Memisahkan Keadaan Struktural
(Sumber : Smallman, 2000)

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. Hal ini sesuai dengan hasil penelitian-penelitian yang dilakukan oleh penelitian Dessy dan Mohammad (2014) yang juga dalam penelitiannya tentang pengaruh variasi waktu penahanan proses kalsinasi terhadap precursor bahan katoda *Lithium Ferrophosphate*. Pada analisa kualitatif XRD serbuk milling dengan variasi waktu milling, terdapat empat fasa yang teridentifikasi. Fasa-fasa tersebut adalah $\text{Li}_3\text{Fe}_2(\text{PO}_4)^3$, LiFePO_4 , $\text{Li}_4(\text{P}_2\text{O}_7)$, dan LiFeP_3O_9 . Terlihat pada gambar bahwa pada waktu milling 8 jam fasa yang dominan muncul belum terlihat dimana masih terdapat fasa-fasa lain. Sedangkan pada waktu milling 15 jam fasa murni yang terbentuk sudah terlihat yaitu fasa yang dominan memiliki puncak tertinggi yaitu $\text{Li}_3\text{Fe}_2(\text{PO}_4)^3$. Hal itu disebabkan oleh lamanya variasi waktu milling yang diberikan. Semakin lama waktu milling yang terjadi maka akan terbentuk fasa-fasa murni karena pengaruh meningkatnya temperature pada saat terjadinya milling.

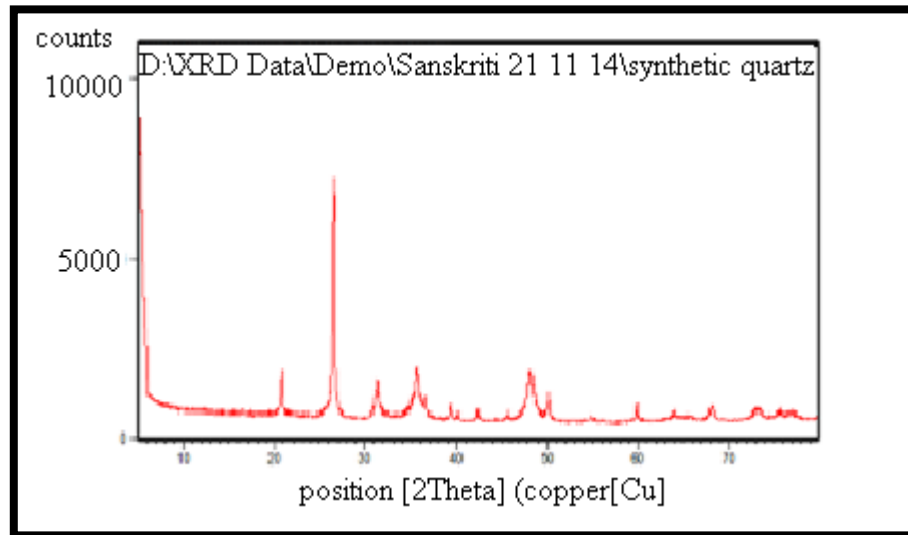


Gambar 6. Pola difraksi LFP yang dikalsinasi pada suhu 700°C selama 8jam, 10jam, 12 jam dan 15 jam (Dessy, 2010).

Dari analisa data dengan XRD, dapat diketahui komposisi fasa secara kualitatif. Pada serbuk yang dikalsinasi pada temperatur 700°C selama 8 jam terkandung 4 fasa antara lain LiFePO_4 , $\text{Li}_3\text{Fe}_2(\text{PO}_4)_3$, $\text{Li}_4\text{P}_2\text{O}_7$ dan LiFeP_3O_9 . Sedangkan pada serbuk yang dikalsinasi selama 10, 12, dan 15 jam hanya terkandung 3 fasa, yaitu LiFePO_4 , $\text{Li}_3\text{Fe}_2(\text{PO}_4)_3$ dan $\text{Li}_4\text{P}_2\text{O}_7$.

Berdasarkan analisa pola difraksi yg diperoleh, mengindikasikan puncak-puncak struktur fasa LiFePO_4 dan $\text{Li}_3\text{Fe}_2(\text{PO}_4)_3$ berada pada posisi sudut difraksi yg sama. Berdasarkan data LiFePO_4 , dimana fasa memiliki struktur olivine dengan sistem kristal orthorhombic dan space group, dan $\text{Li}_3\text{Fe}_2(\text{PO}_4)_3$ dimana fasa ini memiliki struktur Nasicon dengan sistem kristal orthorhombic dan space group Pcan.

Hasil dari pembuatan nanopartikel juga dipengaruhi oleh waktu milling, hal ini dibuktikan dengan Sanskriti (2015) dalam penelitiannya tentang *optical and photoluminescence studies of synthetic quartz nanoparticles prepared by high energy planetary ball milling techniques*.



Gambar 7. Hasil Uji XRD Pada Variasi Waktu Milling
48 Jam (Sanskriti, 2015)

Gambar 7 menunjukkan analisa kualitatif XRD serbuk milling dengan variasi waktu milling 48 jam terlihat bahwa intensitas puncaknya semakin menurun dan pelebaran kurva. Perubahan ini mengakibatkan ukuran kristal semakin mengecil serta struktur kristal dari unsur pembentuk juga ikut berubah. Pada Tabel 3 menunjukkan perubahan ukuran kristal berdasarkan perubahan posisi 2θ dan lebar kurva (FWHM) yang terjadi. Pengukuran ukuran kristal dari setiap unsure dihitung menggunakan rumus *Scherrer* sebagai berikut :

$$D = \frac{0.9 \lambda}{B \cos \theta} \quad (1)$$

Keterangan :

D = Ukuran butir

λ = Panjang gelombang

B = FWHM/ 2

θ = Sudut difraksi

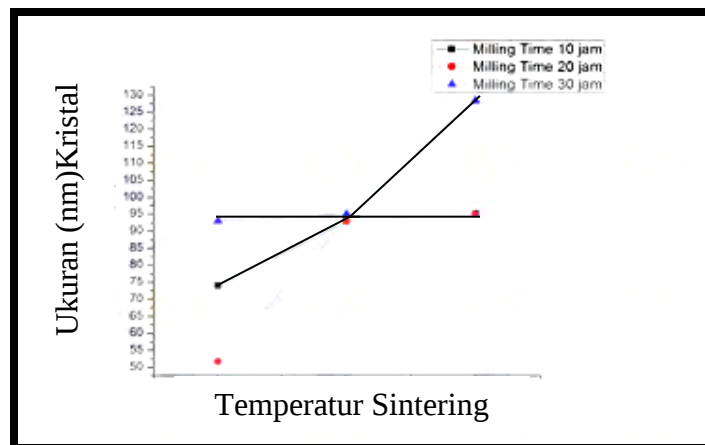
Tabel 3. Analisis Data XRD Hasil Milling Terhadap Ukuran Butir

<i>Samples</i>	<i>Milling time (hours)</i>	<i>Avg. particle Size (nm)</i>
SQ 1	6	490
SQ 2	12	422
SQ 3	24	133
SQ 4	48	87

(Sumber : Sanskriti, 2015)

Pada Tabel 3 terlihat ukuran kristal pada setiap variasi waktu milling mengalami penurunan. Pada saat waktu milling 6 jam ukuran kristal yaitu sebesar 490 nm, saat waktu milling 12 jam ukuran kristal yaitu sebesar 422 nm, namun saat waktu milling 24 jam ukuran kristal mengalami penurunan yaitu sebesar 133 nm. Ukuran kristal tambah mengalami penurunan pada saat waktu milling 48 jam yaitu sebesar 87 nm. Hal ini dikarenakan pada saat proses milling serbuk mengalami penghancuran secara berulang. Dalam prosesnya semakin cepat perputaran ball mill maka energi yang dihasilkan juga semakin besar dan menghasilkan temperatur yang semakin tinggi.

Hasil analisa XRD diperoleh penelitian Nugroho (2014), bahwa semakin lama waktu milling ukuran kristal nanopartikel PbTiO_3 semakin menurun. Hal ini sesuai dengan tujuan mechanical alloying yang berfungsi refinement ukuran partikel yang ditandai dengan reduksi ukuran Kristal. Hubungan lama waktu milling dengan ukuran kristal PbTiO_3 ditunjukkan pada Gambar 8.



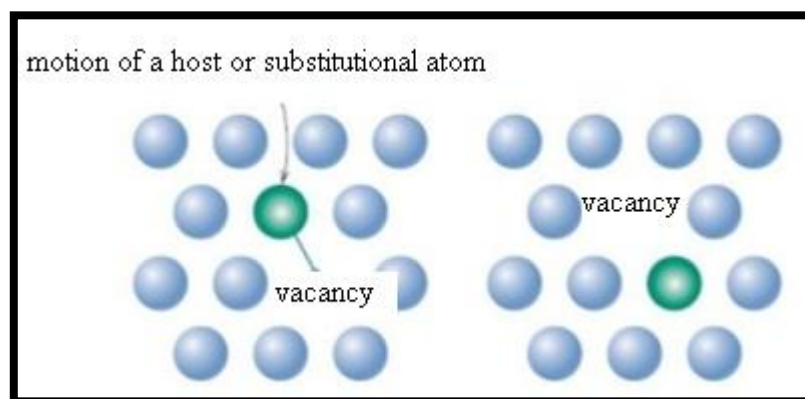
Gambar 8. Grafik ukuran kristal setelah sintering dengan variasi milling time dan temperature sintering (Sumber : Nugroho, 2014).

Gambar 8 menunjukkan grafik ukuran kristal setelah sintering. Variasi milling time 10, 20 dan 30 jam dengan kecepatan 300 rpm dan sintering temperatur 850, 900 dan 1000°C holding time 60 menit menghasilkan senyawa PbTiO_3 dengan ukuran kristal rata-rata sebesar 90.85 nm. Terlihat juga bahwa ukuran Kristal yang paling kecil terjadi pada ukuran kristal dengan waktu milling 10, 20 dan 30 jam dengan temperatur sintering 850°C. dan yang mencapai ukuran paling kecil yaitu dengan waktu milling 20 jam dengan ukuran kristal terkecil sebesar 51.75 nm. Pada sintering dengan temperatur 900 dan 1000°C ukuran kristal dengan variabel milling mengalami peningkatan ukuran kristal. Dengan demikian PbTiO_3 mengalami kenaikan ukuran kristal. Hal ini menunjukkan adanya crystal growth yang terjadi akibat peningkatan temperatur sintering. Kecepatan milling tinggi berkorelasi dengan peningkatan temperatur di dalam vial selama proses mechanical alloying. Proses sintering juga telah membuat adanya peningkatan ukuran kristal pada pelet

PbTiO₃. Peningkatan ukuran kristal diakibatkan oleh adanya pertumbuhan butir dengan peningkatan temperatur melalui proses sintering.

G. Pengaruh Waktu Milling Terhadap Ukuran Butir dan Morfologi Permukaan

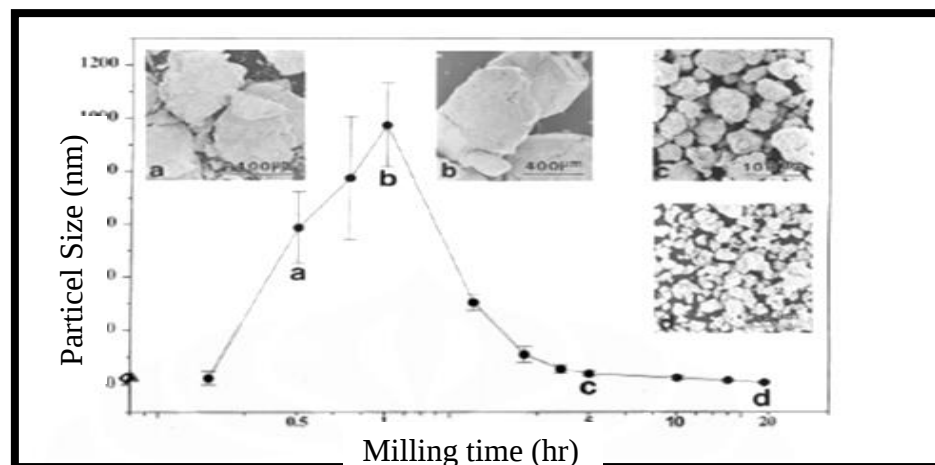
Waktu milling sangat berpengaruh terhadap morfologi permukaan pada sampel, dimana semakin lama proses waktu milling yang dilakukan maka ukuran struktur permukaan akan semakin kecil. Secara teori laju dari penggabungan atom bergantung dari energi kinetik dari muatan bola giling yang bereaksi dan berdifusi. Proses ini melibatkan terjadinya difusi atom sehingga serbuk yang dihasilkan akan lebih homogen terlihat pada Gambar 9.



Gambar 9. Proses Difusi Atom (Sumber : Smallman, 2000)

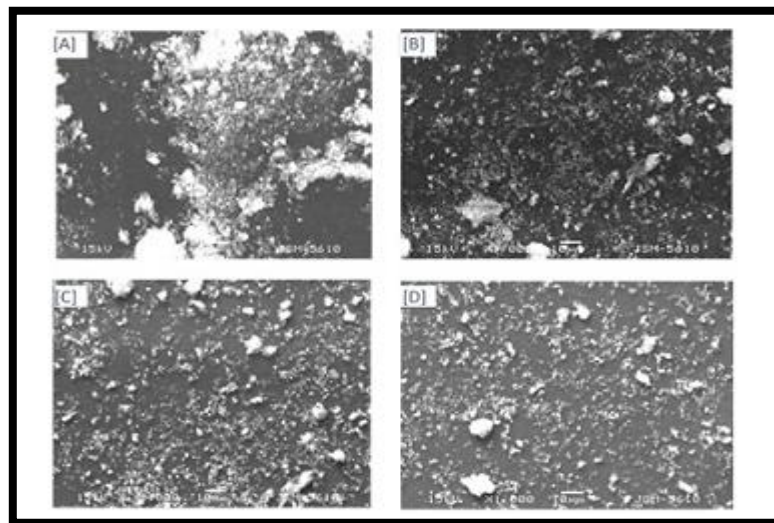
Pada Gambar 9 menjelaskan kekosongan dalam struktur atom dapat terjadi pada suatu material saat dipanaskan sehingga atom dan daerah kosong akan berpindah posisi. Partikel serbuk akan mengalami gaya tekan dari benturan bola-bola milling yang diakibatkan oleh penghancuran yang secara berulang. Karena gaya tekan yang tinggi maka luas permukaan dari partikel serbuk menjadi lebih besar. Semakin

cepat perputaran milling maka semakin tinggi pula energi yang diterima serbuk. Hal ini dikarenakan energi kinetik bola-bola milling yang diteruskan ke serbuk yang digerus sehingga energi kinetik yang diterima serbuk lebih tinggi pada kecepatan milling yang tinggi. Kecepatan tinggi dengan temperatur jar yang tinggi akan menyebabkan terjadinya proses difusi dan mendorong terjadi serbuk yang homogen. Temperatur yang tinggi dapat merugikan karena akan mempercepat proses transformasi dan aglomerasi(penggumpalan) pada serbuk. Partikel yang mengalami penggumpalan akan memerlukan energi penghancuran yang lebih besar untuk memecah partikel dan membutuhkan energi yang besar juga dalam mengikat partikel. Saat terjadi kesetimbangan maka ukuran partikel akan menjadi semakin halus dan menghasilkan kesetimbangan energi dalam memecah partikel serbuk sehingga partikel akan bercampur secara homogen. Sehingga akan terjadi perubahan ukuran serbuk terhadap waktu milling yang terlihat pada Gambar 10.



Gambar 10. Perubahan ukuran serbuk terhadap waktu milling
(Sumber : Suryanarayana, 2001)

Pada Gambar 10 terlihat perubahan ukuran serbuk terhadap waktu milling, dimana saat diberikan waktu milling yang kecil ukuran serbuk besar sampai mencapai waktu optimum sehingga saat diberikan waktu milling yang rentangnya jauh lebih lama terlihat bahwa ukuran serbuk mengalami pengecilan ini diakibatkan milling yang dilakukan secara berulang sehingga serbuk menjadi homogen. Sesuai dengan hasil penelitian yang telah dilakukan pengamatan morfologi serbuk sintesis nanopartikel *quartz* pada penelitian Sanskriti (2015) terlihat bahwa pada Gambar 11 memperlihatkan morfologi serbuk sintesis nanopartikel *quartz* dengan variasi waktu milling 6 jam, 12 jam, 24 jam, dan 48 jam.

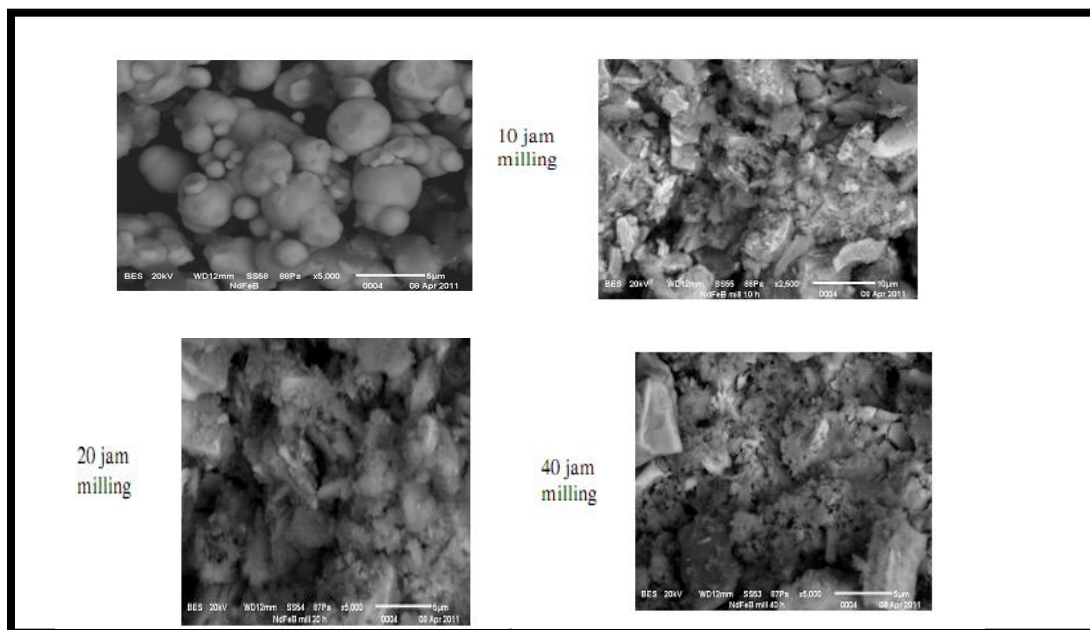


Gambar 11. Hasil SEM serbuk sintesis nanopartikel *quartz* perbesaran 1000x dengan variasi waktu milling (Sumber : Sanskriti, 2015).

Pada Gambar 11 terlihat bahwa semakin lama variasi waktu milling maka ukuran butir akan semakin halus. Penghalusan serbuk terlihat dengan semakin mengecilnya ukuran serbuk. Butiran serbuk yang berukuran besar akan terlihat

semakin mengecil. Dimana lamanya waktu milling dapat menyebabkan butiran serbuk akan mengumpalan akibat naiknya temperatur selama serbuk didalam vial tabung jar sehingga akan mengakibatkan bentuk ukuran butir tidak menentu.

Berdasarkan penelitian yang dilakukan oleh Sardjono (2013), dimana gambar 9 memperlihatkan morfologi serbuk Nd sebelum dan sesudah diproses (0 jam, 10 jam, 20 jam dan 40 jam).



Gambar 12. Foto SEM dari sampel dari campuran Nd,Fe sebelum dan sesudah di milling 10, 20 dan 40jam (Sumber : Sardjono, 2013).

Pada gambar terlihat bahwa bahan serbuk Nd, Fe yang dipakai pada mulanya berukuran sekitar 1-3 µm. Sering semakin lamanya proses pengilingan, ukuran serbuk semakin mengecil akibat penghancuran yang dilakukan oleh bola-bola *milling*. Setelah *milling* selama 10 jam diperoleh ukuran butiran sekitar 1 -8 µm, untuk proses *milling* 20 jam ukuran butir menjadi sekitar 1- 3 µm dan untuk proses *milling* 40 jam

diperoleh ukuran butir sekitar $< 2 \mu\text{m}$ dan terjadi aglomerasi dari beberapa butiran menggunakan *scanning electron microscope* (SEM). Lamanya waktu *milling* tidak selamanya menyebabkan ukuran butir semakin mengecil. Waktu *milling* juga dapat mengakibatkan penggumpalan atau aglomerasi pada sampel apabila dilakukan *milling* yang terlalu lama.

H. Kristal

1. Struktur Kristal

Struktur kristal sangat penting dalam mengkarakterisasi suatu material yang memiliki sifat teratur. Struktur tersebut menjelaskan susunan atom, arah kristal dan bentuk kristal. Sebuah kristal idel disusun oleh satuan-satuan struktur yang identik secara berulang yang tak hingga di dalam ruang. Semua struktur kristal dapat digambarkan atau dijelaskan dalam istilah *lattice* (kisi) dan sebuah basis yang ditempelkan pada setiap titik kisi. Kristal dapat terbentuk dari larutan, pelelehan, uap atau gabungan dari ketiganya (Suud, 2003).

2. Sistem Kristal

Kisi kristal yang biasa disebut kisi dapat dikatakan sebagai abstraksi dari kristal, sehingga kisi merupakan pola dasar atau pola geometri dari kristal. Struktur kristal dapat dipisahkan ke dalam suatu grup berdasarkan konfigurasi sel satuan atau susunan atom (Cullity, 1956). Jika atom-atom dalam kristal membentuk susunan teratur yang berulang maka atom-atom dalam kristal harus tersusun dalam salah satu dari 14 bentuk kisi-kisi tersebut. Berdasarkan parameter kisi tersebut maka berbagai

sel satuan dapat digolongkan dalam tujuh sistem Kristal (Suud, 2003). Tujuh sistem Kristal dapat dilihat pada Tabel 4.

Tabel 4. Sistem Kristal, parameter kisi dan kisi bravais (Charles, 2005)

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

3. Faktor Struktur

Menentukan intensitas hamburan oleh struktur atom, maka dapat 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 :

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

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). Dimana intensitas yang muncul sebanding dengan faktor struktur. Hal ini sesuai dengan Persamaan 19.

$$I = |f|^2 p \left(\frac{1 + \cos^2 2\theta}{\sin^2 \theta \cos \theta} \right) \quad (3)$$

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 factor struktur yang berbeda seperti :

a. Faktor struktur pada simple 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 :

$$F = f e^{2\pi i(0)} = f \text{ sehingga } F^2 = f^2 \quad (4)$$

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 :

$$F = f e^{2\pi i(0)} + f e^{2\pi i(\frac{h}{2} + \frac{k}{2} + \frac{l}{2})} = f[1 + f e^{\pi i(h+k+l)}] \quad (5)$$

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 :

$$\begin{aligned} F &= f e^{2\pi i(0)} + f e^{2\pi i(\frac{h}{2} + \frac{k}{2})} + f e^{2\pi i(\frac{h}{2} + \frac{l}{2})} + f e^{2\pi i(\frac{k}{2} + \frac{l}{2})} \\ F &= 1 + f e^{\pi i(h+k)} + f e^{\pi i(h+l)} + f e^{\pi i(k+l)} \end{aligned} \quad (6)$$

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:

$$\begin{aligned} F &= 4f \\ F^2 &= 16f^2 \end{aligned} \quad (7)$$

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 ganjil dan k ganjil, misalnya 012 . Sebagai contoh h dan l ganjil, dan k ganjil. Maka:

$$\begin{aligned} F &= 0 \\ F^2 &= 0 \end{aligned} \quad (8)$$

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



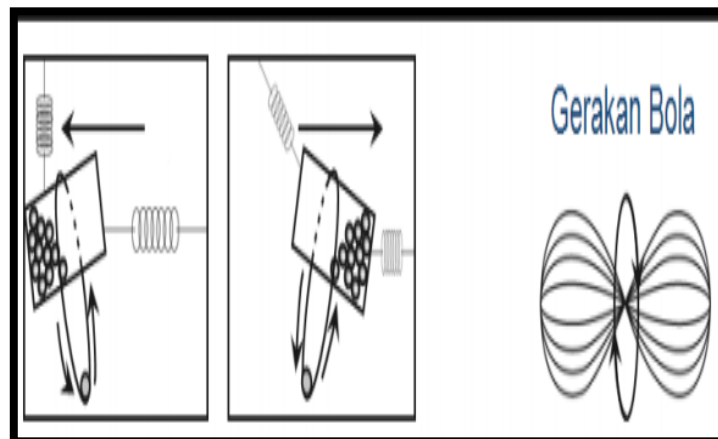
Gambar 13. *High Energy Milling Ellipse 3D (HEM-E 3D)*
(Sumber : Nanotech Indonesia, 2014)

HEM-E 3D adalah mesin untuk menghasilkan nanopartikel yang didesain dan dikembangkan para pakar nanoteknologi Indonesia melalui berbagai inovasi, test dan pengalaman. Desain high energy ballmil yang bergerak ellipse secara tiga dimensi dapat meningkatkan kinerjanya menjadi lebih efisien. High energy ballmil ini memiliki pola gerakan ellipse tiga dimensi yang mengoptimalkan tumpukan bola-bola dalam jar sehingga meningkatkan efektifitas penghancuran dan mempersingkat waktu milling.

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

1. Prinsip Kerja *HEM E3D*

Milling dengan ballmill pada dasarnya adalah penghancuran yang terjadi karena penggerusan bubuk yang terdapat di permukaan bola pada saat berbenturan dengan bola lain sehingga besar impact yang diberikan oleh bola adalah sebesar gaya benturan persatuan luas permukaan bola yang bertumbukan. Bola yang luas area benturannya semakin kecil, akan memberikan impact yang semakin besar, sehingga kemampuan penghancuran menguat dengan pengecilan area sentuhan. Oleh karena itu, bubuk nanopartikel lebih mudah dibentuk dengan menggunakan bola-bola yang lebih kecil. Disamping itu, frekuensi benturan merupakan faktor pemercepat penghancuran.



Gambar 14. Konsep penghancuran partikel pada ball mill dan perbandingan pola gerakan *HEM E3D* dengan teknologi terdahulu.

(Sumber : Nanotech Indonesia, 2014)

2. Keunggulan *HEM E3D*

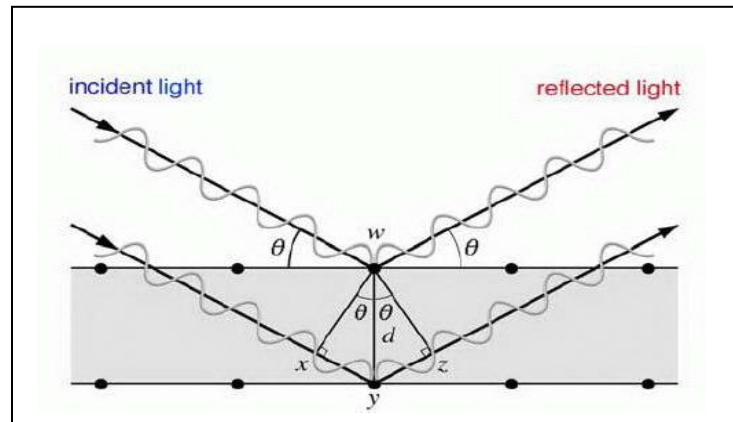
Keunggulan dari alat ini adalah sebagai berikut :

- a. Mesin yang dapat digunakan untuk melakukan pencampuran, homogenisasi (keseragaman), mechano kimia (membuat reaksi mekanik-kimia), penggilingan mekanik, mekanik paduan, dan melakukan emulsi. Jadi akan dihasilkan nanopartikel dengan cara penghalusan material hingga skala nanometer.
- b. Laju penghancuran yang tinggi, pengkondisian system milling yang mudah sehingga mekanisme proses amorfisasi dan pembentukan nanopartikel lebih cepat dan efektif.
- c. Menjadi peralatan untuk membuat nano powder dengan harga murah dan meningkatkan efisiensinya.
- d. Terdapat sistem elektronik terpadu meliputi sistem pengendali motor, dan pengatur waktu (Nanotech Indonesia).

J. X-ray diffraction (XRD)

Difraksi sinar-X digunakan untuk mengidentifikasi struktur kristal suatu padatan dengan membandingkan nilai jarak d (bidang kristal) dan intensitas puncak difraksi dengan data standar. Prinsip dari XRD adalah hamburan oleh tiap atom dan interferensi gelombang-gelombang oleh tiap atom yang mengenai permukaan kristal. Bila sinar dilewatkan ke permukaan kristal, maka sebagian sinar akan dihamburkan dan sebagian lagi akan diteruskan ke lapisan berikutnya. Sinar yang dihamburkan akan berinterferensi secara konstruktif (menguatkan) dan destruktif (melemahkan). Hamburan sinar yang berinterferensi inilah yang digunakan untuk

analisis. Difraksi sinar-X hanya terjadi pada sudut tertentu sehingga suatu zat akan mempunyai pola difraksi tertentu (Pratapa, 2004).



Gambar 15. Difraksi bidang kisi (Sumber : Arthur Beiser, 1992)

Gambar 15 menunjukkan seberkas sinar mengenai atom A pada bidang pertama dan B pada bidang berikutnya. Jarak antara bidang A dengan bidang B adalah d . Berkas-berkas tersebut mempunyai panjang gelombang λ , dan jatuh pada bidang kristal dengan jarak d dan sudut θ . Agar mengalami interferensi konstruktif, kedua berkas tersebut harus memiliki beda jarak $n\lambda$. Sedangkan beda jarak lintasan kedua berkas adalah $2d \sin \theta$. Interferensi konstruktif terjadi jika beda jalan sinar adalah kelipatan bulat panjang gelombang λ , sehingga dapat dinyatakan dengan Persamaan 2:

$$n\lambda = 2d_{hkl} \sin \theta \quad (9)$$

Sedangkan untuk menghitung ukuran butir kristal menggunakan Persamaan Scherrer.

$$t = \frac{0,9 \times \lambda}{\beta \times \cos \theta} \quad (10)$$

Keterangan:

t : Ukuran butir

λ : panjang gelombang

θ : sudut difraksi

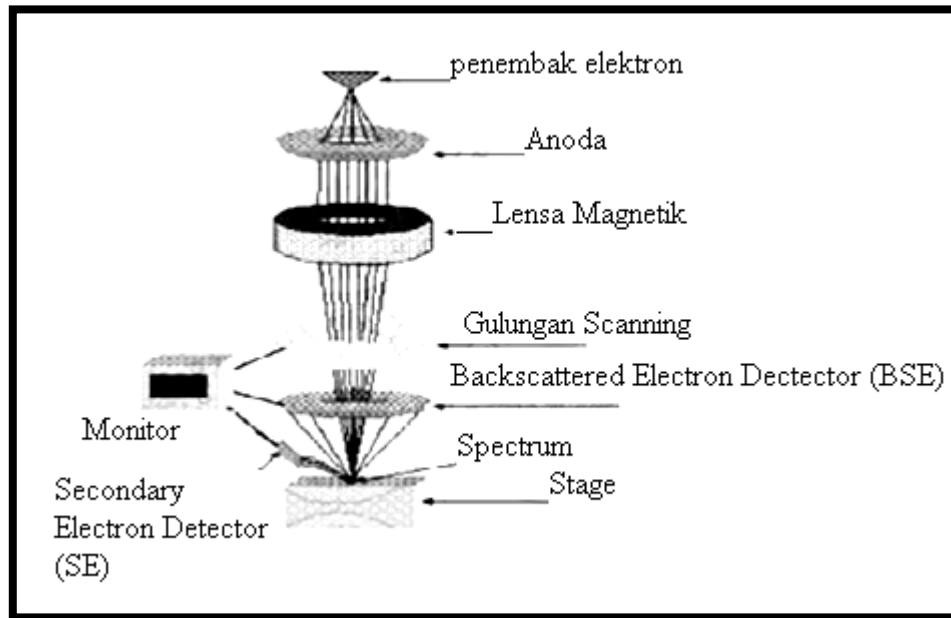
β : lebar puncak (rad)

(Cullity, 1956)

K. Scanning electron magnetic (SEM)

Konsep awal yang melibatkan teori SEM pertama kali diperkenalkan di Jerman (1935) oleh M. Knoll. Konsep standar SEM modern dibangun oleh Van Ardenne pada tahun 1938 yang ditambahkan scan kumparan ke mikroskop electron (Handayani, dkk, 2007).

SEM merupakan suatu mikroskop elektron yang menghasilkan gambar beresolusi tinggi dari sebuah permukaan sampel. Gambar yang dihasilkan oleh SEM memiliki karakteristik penampilan tiga dimensi, dan dapat digunakan untuk menentukan struktur permukaan dari sampel. Prinsip kerja SEM adalah difraksi electron. Elektron yang ditembakkan akan dibelokkan oleh lensa elektromagnetik dalam SEM.



Gambar 16. Skema SEM. Prinsip Kerja SEM (Sumber : Abdullah, 2010)

Prinsip pengukuran SEM dua jenis elektron, yaitu elektron primer dan elektron sekunder. Elektron berenergi tinggi yang dipancarkan dari katoda (Pt, Ni, W) yang dipanaskan. Maka elektron berenergi rendah, yang dibebaskan oleh atom pada permukaan akan membebaskan elektron sekunder setelah ditembakkan oleh elektron primer. Elektron sekunder yang akan ditangkap oleh detektor, dan mengubah sinyal menjadi suatu sinyal gambar. Sinar elektron, memiliki energi berkisar dari ribu eV hingga 50 kV, difokuskan oleh satu atau dua lensa condenser menjadi sebuah sinar dengan spot focal yang sangat baik berukuran 1 nm hingga 5 μm . Sinar tersebut melewati beberapa pasang gulungan pemindai (scanning coils) di dalam lensa obyektif, yang akan membelokkan sinar itu dengan gaya raster di atas area berbentuk persegi dari permukaan sampel. Elektron-elektron primer mengenai permukaan sehingga dipancarkan secara inelastis oleh atom-atom di dalam sampel.

Penghamburan yang terjadi menyebabkan sinar elektron primer menyebar secara efektif dan mengisi volume berbentuk air mata memanjang dari kurang dari 100 nm hingga sekitar 5 nm ke permukaan. Elektron-elektron sekunder akan ditangkap oleh detektor, dan mengubah sinyal tersebut menjadi suatu sinyal gambar. Kekuatan cahaya tergantung pada jumlah elektron-elektron sekunder yang mencapai detektor.

BAB V

PENUTUP

A. Kesimpulan

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

1. Pengaruh waktu *milling* terhadap struktur kristal nano *quartz* terlihat bahwa pada saat waktu *milling* 6 jam struktur kristal yang terbentuk *Hexagonal, Cubic, Hexagonal, Tetragonal*, 12 jam struktur kristal yang terbentuk *Hexagonal, Cubic, Hexagonal* dan 24 jam struktur kristal yang terbentuk yaitu *Hexagonal Dan Cubic*. Sedangkan waktu *milling* 30 jam struktur kristal berubah dominan tetap *Hexagonal*.
2. Pengaruh waktu *milling* 6 jam, 12 jam, 24 jam dan 30 jam terhadap ukuran kristal pada sampel nano *quartz* menyebabkan ukuran kristal semakin mengecil. Ukuran kristal berturut-turut 164 nm, 123 nm, 79 nm, dan 68 nm.
3. Pengaruh waktu *milling* terhadap ukuran butir serta morfologi nano *quartz* menyebabkan perubahan pada ukuran butir namun tidak berpengaruh pada morfologi permukaannya. Dimana pada saat waktu *milling* 6 jam, 12 jam, dan 24 jam bentuk morfologinya bulat tetapi ukuran butir belum merata dan homogen. Sedangkan waktu *milling* 30 jam bentuk morfologinya homogen merata seluruh permukaan terlihat mengecil masing-masing ukuran butir. Ukuran butir berturut-turut yaitu sebesar 464 nm, 380 nm, 345 nm, dan 293 nm.

B. Saran

Agar ukuran butir dapat mencapai ukuran <100 nm, maka peneliti selanjutnya bisa mencoba menambah variasi waktu *milling* yang lebih lama dan menambah metoda lain yaitu metoda kimia seperti metoda *kopresipitasi*, *solvothetmal*, *sol gel*, dan *solid state*.

DAFTAR PUSTAKA

- Abhilash, M. 2010. *Potential Applications Of Nanoparticles*. International Journal of Pharma and Bio Sciences V1(1).
- Amin BS, Hariyanti P. 2012. Pengaruh kecepatan milling terhadap perubahan struktur mikro komposit Mg/Al₃Ti. J Teknik ITS. 1(1): 113-116.
- Anwar Khitab dan Tausif Arshad Muhammad. 2014. *Nano Construction Materials*. Mater. Sci 181-189.
- Asmuni.2004. *Karakterisasi Pasir Kuarsa(SiO₂) Dengan Metode XRD*. Fakultas Matematika dan Ilmu Pengatahuian Alam. USU:Medan.
- Beiser, Arthur. 1987. *Konsep Fisika Modern*. Jakarta: Erlangga.
- Chrusciel Jerzy, Ludomir Slusarski. 2003. *Synthesis Of Nanosilica By The Sol-Gel Method And Its Activity Toward Polymers*. Material Science. Vol. 21. No. 14
- Cullity,B.D.1956. *Elements of X-ray diffraction*. Associate Professor of Metallurgy University of Notre Dam.Addison-Wesley Publishing Company,Inc
- Dessy Putri,Zainun.2014. Pengaruh Variasi Waktu Penahanan Proses Kalsinasi Terhadap Precursor Bahan Katoda *Lithium Ferrophospate* (LFP). Jurnal Sains dan Seni Pomits,Vol.3 No.2 Tahun 2014. 2337-3520.
- Handayani A.,dkk. 2007. Pengamatan Struktur Mikro dengan Mikroskop Optik dan *Scanning Electron Microscope* (SEM-EDAX). Pusdiklat. Jakarta. 21-31 Mei 2007.
- Haswati, Rauhatul. 2014. *Pengaruh Temperatur terhadap Struktur Silika Alam dari Nagari Saruaso Kabupaten Tanah Datar : Padang* (skripsi).
- Horacio E. Bergna. 2006. *Colloidal Silica Fundamentals And Applications*.CRC Press.New York.
- J.Babu Rao,G.J.Catherin, I. Narasimha Murthy, D. Venkata Rao and B. Nooka Raju. *Production of nano structured silicon carbide by high energy ball milling*. Jurnal internasional of engineering, science and technology vol. 3,no 4,2011.
- Kumar.,dkk. 2005. *Nanofabrication Towards Biomedical Applcations*. Wiletvchverlaggmbh & co.kgga, weinheim. Germany.

- Lestari Fifi Bailin, M.Zainuri. 2013. Pengaruh variasi milling time pasir silika terhadap sifat ketahanan korosi komposit PANi/SiO₂ pada plat baja. Jurnal Sains dan Seni Pomits. Vol. 1 No.1, 2337-3520(2301-9281).
- Munasir, dkk.2012.*Uji XRD Dan XRF Pada Bahan Meneral(Batuan Dan Pasir)Sebagai Sumber Material Cerdas (CaCO₃ Dan SiO₂)*.Surabaya: Jurnal Penelitian Fisika dan Aplikasinya (JPFA) Vol 2 No 1, Juni 2012
- Nanotech Indonesia. 2014. High Energy Milling E3D (HEM E3D). Banten : PUSPIPTK Serpong.
- Nittaya,T.A.(2008). Perparation of Nanosilica Powder from Rice Husk Ash by Precipitation Method. Chiang Mai J. Sci,206-211.
- Nugroho,Feby dan Fajarin,Rindang S.Si,M.Si. 2013. Pengaruh Waktu Milling Dan Temperature Sintering pada Pembentukan PbTiO₃ dengan Metode Mechanical Alloying. Jurnal Jurusan Teknik Material Dan Metalurgi. Fakultas Teknologi Industry Teknologi Sepuluh.
- PANalytical.2009.*X-rayFluorescenceSpectrometr*.
<http://www.panalytical.com/index.cfm?pid=130>.diakses tanggal 5 September 2015.
- Pratapa, Suminar. 2004. Prinsip-Prinsip Difraksi Sinar-X. Makalah seminar XRD.
- Premaratne W.A.P.J, Priyadarshana W.M.G.I, Gunawardena S.H.P and Del Alwis A.A.P. 2013. *Synthesis Of Nanaosilica From Paddy Husk Ash And Their Surface Functionalization*. J. Sci Univ. Kelaniya 8: 33-48.
- Radu Daniela, Yu lai-Cheng, Yu Hwang-Po, Pizzi Nicholas. 2011. *Silica Nanomaterials (NSN) For Carbon Capture Application*. Department of Chemistry, Delaware State University, Dover, DE, 19901.
- Rafiee Ezzat, Shahebraihimi Shabnam, Feyzi Mostafa, and Shaterzadeh Mahdi. 2012. *Optimazation Of Synthesis And Characterization Of Nanosilica Produced From Rice Husk (A Common Wasten Material)*. Internasional nano letter 2 : 29.
- Rahmawati,S risa.2008.*Struktur Padatan Silicon Dioksida*.ITB.Bandung. (diunduh 9 September 2013).
- Ratnawulan, Gusnedi dan Yohandri. 2013 .*Karakterisasi Fisika Mineral Ekonomis Sumatera Barat Menggunakan Metode Difraksi Sinar-X*.Unp.Padang.

- Rawat,M.,etall.2006.Nanocarriers: Promising Vehicle for Bioactive Drugs.Biol.Pharm. Bull.29(9) 1790-1798(2006).Vol.29,No.9
- Sanskriti A. Parashar,Yogesh D. Kale, Yashesh H.Gandhi, and Dattu R. Joshi. *Optical And Photoluminescence Studies Of Synthetic Quartz Nanoparticles Prepared By High Energy Planetary Ball Milling Technique*. Vol.5 no.1, 2015.
- Sardjono,Projo,dan Muljadi.2013. Analisis Struktur Kristal dan Mikrostruktur Serbuk $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ Hasil Proses Mechanical Alloying. Prosiding pertemuan ilmiah XXVII HFI Jateng dan DIY. ISSN : 0853-0823.
- Sjahril dkk.2002. *Inventarisasi dan Evaluasi Mineral Nonlogam Di Kabupaten Tanah Datar Propinsi Sumatera Barat*.Kolokium Direktotar Inventarisasi sdm
- Sirin Fairus.2009.*Proses Pembuatan Waterglass Dari Pasir Silika Dengan Peleburan Natrium Hidroksida*. Jurnal teknik kimia indonesia (Vol.8 no. 2,agustus 2009,56-62)
- Smallman R.E., R.J. Bishop. 2000. MetalurgiFisik Modern danrekayasa Material. Jakarta: Erlangga.
- Suryanarayana. 2001. *Mechanical Alloying and Milling*. Departemen Metallurgi dan Materials Engineering, Colorado School of Mines, golden Co 80401-1887. USA
- Suud, Ibnu dan Hufri.2003. Stuktur dan Ikatan Kristal. FMIPA,Universitas Negeri Padang : Padang.
- Van Vlack.1995. *Elements of Materials Science and Engineering*.University of Michigan.
- Yakubu, A.,Abbas, Z.,Hashim,M. and Fahad,A.2015.Effect of Sintering Temperature on $\text{Co}_{0.5}\text{Zn}_{0.5}\text{Fe}_2\text{O}_4$ Nano-Particles Evolution and Particle Size Distribution. Advances in Nanoparticles, 4, 37-44.