

**Pengaruh Waktu *Milling* Terhadap Sifat Fisis *Hematit* (Fe_2O_3) Bijih Besi dari
Kecamatan Sangir Balai Janggo, Kabupaten Solok Selatan**

SKRIPSI

Diajukan Sebagai Salah Satu Persyaratan Memperoleh Gelar Sarjana Sains



Oleh :

Zulianis Eka Putri

1101428

PROGRAM STUDI FISIKA

JURUSAN FISIKA

FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM

UNIVERSITAS NEGERI PADANG

2016

PERSETUJUAN SKRIPSI

Judul : Pengaruh Waktu Milling Terhadap Sifat Fisis Hematit (Fe_2O_3)
Bijih Besi dari Kecamatan Sangir Balai Janggo, Kabupaten Solok
Selatan
Nama : Zulianis Eka Putri
Nim : 1101428
Program Studi : Fisika
Fakultas : Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam

Padang, 10 Februari 2016

Disetujui Oleh :

Pembimbing I,



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

Pembimbing II,



Dra. Hj. Yenni Darvina, M. Si
NIP. 196309111989032003

PENGESAHAN TIM PENGUJI

Nama : Zulianis Eka Putri

Nim : 1101428/ 2011

Dinyatakan lulus setelah mempertahankan skripsi di depan Tim Penguji

Program Studi Fisika

Jurusan Fisika

Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam

Universitas Negeri Padang

dengan judul

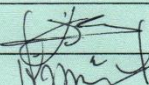
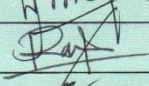
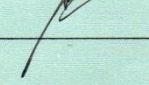
**Pengaruh Waktu *Milling* Terhadap Sifat Fisis *Hematit* (Fe_2O_3) Bijih Besi dari
Kecamatan Sangir Balai Janggo, Kabupaten Solok Selatan**

Padang, Februari 2016

Tim Penguji

Tanda Tangan

1. Ketua : Dr. Hj. Ratnawulan, M.Si
2. Sekretaris : Dra. Hj. Yenni Darvina, M.Si
3. Anggota : Dr. Hj. Djusmaini Djamas, M. Si
4. Anggota : Dr. Ramli, S. Pd, M. Si
5. Anggota : Drs. Gusnedi, M. Si

1. 
2. 
3. 
4. 
5. 

PERNYATAAN

Dengan ini saya menyatakan bahwa :

1. Karya tulis saya, tugas akhir berupa skripsi dengan judul Pengaruh Waktu *Milling* Terhadap Sifat Fisis *Hematit* (Fe_2O_3) Bijih Besi dari Kecamatan Sangir Balai Janggo, Kabupaten Solok Selatan;
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. Pernyataan ini saya buat dengan sesungguhnya dan apabila terdapat penyimpangan di dalam pernyataan ini, saya bersedia menerima sanksi akademik berupa pencabutan gelar yang telah diperoleh karena karya tulis ini, serta sanksi lainnya sesuai norma dan ketentuan hukum yang berlaku.

Padang, Februari 2016

Yang membuat pernyataan



Zulianis Eka Putri
NIM. 1101428

ABSTRAK

Zulianis Eka Putri : Pengaruh Waktu *Milling* Terhadap Sifat Fisis *Hematit* (Fe_2O_3) Bijih Besidari Kecamatan Sangir Balai Janggo, Kabupaten Solok Selatan

Indonesia merupakan negara dengan potensi alam yang melimpah, khususnya bahan tambang mineral. Salah satu kekayaan alam tersebut adalah bijih besi yang terdapat di wilayah provinsi Sumatera Barat. Daerah yang berpotensi besar memiliki kandungan biji besi tersebut adalah kabupaten Solok Selatan. Biji besi di daerah ini hanya digunakan dalam keadaan mentah (*row material*) menyebabkan nilai jualnya yang rendah. Biji besi memiliki kandungan mineral *hematit* (Fe_2O_3) yang memiliki nilai jual yang tinggi jika dalam bentuk nanopartikel. Tujuan dilakukan penelitian ini adalah untuk menyelidiki pengaruh waktu *milling* terhadap sifat fisis *hematit*(Fe_2O_3) dari bijih besi dalam bentuk struktur kristal, ukuran butir, dan morfologinya.

Untuk mendapatkan tujuan diatas, maka *hematit* (Fe_2O_3) disintesis menggunakan *High Energy Milling* (HEM) untuk mendapatkan butiran *hematit* yang lebih halus atau dalam bentuk nanopartikel dengan variasi waktu *milling* 2, 5, dan 10 jam. Selanjutnya sampel yang telah *dimilling* dikarakterisasi menggunakan *X-Ray Diffraction* (XRD) untuk melihat struktur kristal dan *Scanning Electron Microscopic* (SEM) untuk melihat ukuran butir serta morfologi dari *hematit*.

Hasil dari penelitian ini memperlihatkan bahwa untuk waktu *milling* 2, 5, dan 10 jam struktur *hematit* berubah pada saat waktu *milling* 10 jam. Dimana pada saat waktu *milling* 2 dan 5 jam struktur yang dihasilkan yaitu *Monoclinic* dan *Rhombohedral*, sedangkan untuk waktu *milling* 10 jam struktur yang dihasilkan yaitu Cubic, *Rhombohedral*, ke struktur *Tetragonal*. Hasil SEM menunjukkan ukuran butir untuk waktu *milling* 2, 5, dan 10 jam berturut-turut adalah 375 nm, 293 nm, dan 466 nm. Mengecilnya ukuran butir pada saat waktu *milling* 5 jam dan kembali membesar pada saat waktu *milling* 10 jam diakibatkan adanya proses *aglomerasi*, maka waktu optimal yang dibutuhkan untuk menjadikan *hematit* menjadi nanopartikel yaitu pada waktu *milling* 5 jam. Hasil SEM juga menunjukkan bentuk morfologi yang sama untuk ketiga sampel. Bentuk *hematit* dari bijih besi untuk semua sampel umumnya samayaitu berbentuk bulat tidak rata.

Kata Kunci : Bijih Besi, *Hematit*, *High Energy Milling* (HEM)

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 Sifat Fisis *Hematit* (Fe_2O_3) Bijih Besi dari Kecamatan Sangir Balai Janggo, Kabupaten Solok Selatan”. Skripsi ini merupakan bagian dari **Penelitian Unggulan Perguruan Tinggi** atas nama Dr. Ratnawulan, M.Si., Drs. Gusnedi, M.Si., dan Yohandri, Ph.D dengan judul Karakterisasi Fisika Mineral Ekonomis Sumatera Barat Menggunakan Metode Diffraksi Sinar-X.

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 serta sebagai pembimbing I yang telah banyak meluangkan waktu, pikiran, saran dan tenaga serta kesabarannya untuk membimbing penulis dalam kegiatan penelitian dan penulisan skripsi ini.
2. Ibu Dra. Hj. Yenni Dravina, M.Si., sebagai pembimbing II yang telah banyak memberikan bantuan, bimbingan dan saran serta kesabarannya sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi ini.

3. Ibu Dr. Hj. Djusmaini Djamas, M.Si., Bapak Dr. Ramli, S.Pd,M.Si.,Bapak Drs. Gusnedi M.Si., selaku penguji pada skripsi ini.
4. Bapak Drs. Mahrizal,M.Si., sebagai penasehat akademik yang telah banyak memberikan masukan dan motivasi kepada penulis.
5. Bapak Yohandri, Ph.D, sebagai Sekretaris Jurusan Fisika FMIPA UNP.
6. Ibu Hidayati, M.Si., 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,Februari 2016

Penulis

DAFTAR ISI

ABSTRAK	i
DAFTAR ISI.....	iv
DAFTAR GAMBAR	vi
DAFTAR TABEL	vii
DAFTAR LAMPIRAN.....	viii
BAB I PENDAHULUAN	1
A. Latar Belakang Masalah	1
B. Rumusan Masalah.....	3
C. Batasan Masalah	3
D. Tujuan Penelitian.....	4
E. Manfaat Penelitian.....	4
BAB II TINJAUAN PUSTAKA.....	5
A. Bijih Besi	5
B. Mineral Hematite (Fe_2O_3) dari Bijih Besi	7
C. Nanopartikel <i>Hematit</i> (Fe_2O_3)	11
D. Pengaruh Waktu Milling Terhadap Sifat Fisis Nanopartikel	12
E. High Energy Milling Ellipse 3D (HEM-E 3D)	19
F. X-Ray Diffraction (XRD).....	22
G. Scanning Electron Microscopic (SEM).....	33
BAB III METODOLOGI PENELITIAN.....	36
A. Rancangan Penelitian	36
B. Waktu danTempat Penelitian	36
C. Variabel Penelitian	36

D. Prosedur Penelitian.....	37
BAB IV HASIL PENELITIAN DAN PEMBAHASAN	44
A. Hasil Penelitian	44
B. Pembahasan.....	53
BAB V PENUTUP.....	57
A. Kesimpulan	57
B. Saran.....	57
DAFTAR PUSTAKA	58
LAMPIRAN	

DAFTAR GAMBAR

Gambar 1. Bongkahan Bijih Besi	5
Gambar 2. Analisis hasil pengukuran XRD	8
Gambar 3. Bentuk mineral Hematit.....	11
Gambar 4. Hasil Uji XRD Serbuk dengan Milling	13
Gambar 5. Hasil XRD dari pasir besi yang dimilling pada waktu tertentu	15
Gambar 6. Mekanisme Terjadinya Tumbukan	17
Gambar 7. Hasil SEM pembuatan serbuk nano LTAP dengan variasi waktu milling	18
Gambar 8. Citra SEM Nanokatalis Fe_2O_3	19
Gambar 9. <i>High Energy Milling Ellipse 3D (HEM-E 3D)</i>	20
Gambar 10. Konsep penghancuran partikel pada ball mill	21
Gambar 11. Diagram tabung sinar X.....	23
Gambar 12. Spektrum sinar-x <i>molybdenum</i>	24
Gambar 13. Transisi elektron	25
Gambar 14. Perbandingan radiasi Cu dengan filter dan tanpa filter	26
Gambar 15. Difraksi Bragg	27
Gambar 16. <i>High Energy Milling (HEM)</i>	38
Gambar 17. X-Ray Diffraction (XRD)	38
Gambar 18. Prinsip Kerja XRD.....	40
Gambar 19. Hasil pengukuran berupa difraktogram	41
Gambar 20. Diagram Alir Penelitian.....	43
Gambar 21. Pola difraksi sinar-X hematit hasil milling 2 jam	45
Gambar 22. Pola difraksi sinar-X hematite hasil milling 5 jam	46
Gambar 23. Pola difraksi sinar-X hematit hasil milling 10 jam	47
Gambar 24. Pola difraksi sinar-X hematit hasil milling 2 jam, 5 jam, dan 10 jam	48
Gambar 25. Grafik perubahan ukuran kristal terhadap waktu milling	50
Gambar 26. Citra SEM morfologi hematite hasil milling 2 jam	51
Gambar 27. Citra SEM morfologi hematite hasil milling 5 jam	52
Gambar 28. Citra SEM morfologi hematite hasil milling 10 jam	53

DAFTAR TABEL

Tabel 1. Kandungan Bijih Besi	6
Tabel 2. Fasa besi oksida yang terbentuk pada masing-masing sampel.....	7
Tabel 3. Struktur besi oksida penyusun bijih besi	9
Tabel 4. Analisa Data XRD Hasil Milling Terhadap Ukuran Kristal	14
Tabel 5. Struktur hematite dari bijih besi dengan variasi waktu milling.....	45
Tabel 6. Puncak-puncak tertinggi pada pola difraksi sampel hematit waktu milling 2 jam	46
Tabel 7. Puncak-puncak tertinggi pada pola difraksi sampel hematit waktu milling 5 jam	47
Tabel 8. Puncak-puncak tertinggi pada pola difraksi sampel hematite waktu milling 10 jam.....	47
Tabel 9. Data Analisis Ukuran Kristal Hasil Milling	49

DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1. Data Hasil Analisis Ukuran Kristal.....	60
Lampiran 2. Tabel Data 2θ dan Intensitas	64
Lampiran 3. Data Base Hasil XRD	80
Lampiran 4. Dokumentasi Penelitian	112

BAB I

PENDAHULUAN

A. Latar Belakang Masalah

Indonesia adalah negara dengan potensi alam yang melimpah, khususnya bahan tambang mineral. 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. Salah satu kekayaan alam tersebut adalah bijih besi yang juga terdapat di wilayah provinsi Sumatera Barat.

Provinsi Sumatera Barat memiliki cadangan bijih besi yang cukup besar, Menurut Efi, dkk (2013), daerah yang berpotensi besar memiliki kandungan biji besi tersebut adalah kabupaten Solok Selatan. Penelitian di jurusan Fisika UNP sebelumnya telah dilakukan oleh Hayati (2014), yang telah berhasil mendapatkan mineral *hematite* (Fe_2O_3) dari bijih besi yang diambil dari Kecamatan Sangir, Kabupaten Solok Selatan yang dikalsinasi pada temperatur 700°C . *Hematit*(Fe_2O_3) akan lebih bermanfaat jika dijadikan nanopartikel, karena nanopartikel *hematit* memiliki sifat menarik yang bisa digunakan untuk katalis termasuk nanomaterial berbasis katalis, biomedis, penyimpanan data dan nanofluids (Kumar, 2005). Salah satu aplikasi dari nanokatalis *hematit*(Fe_2O_3) yakni sebagai penjernih air. Nanokatalis Fe_2O_3 ketika bereaksi dengan air akan menghasilkan

gugus hidroksil yang dapat bereaksi dengan senyawa organik pada limbah. Proses tersebut disebut reaksi Fenton (Kaloari, 2014).

Keunggulan nanokatalis dibandingkan dengan katalis biasa yakni keduanya memiliki massa yang sama, tetapi dengan dimensi yang berbeda. Dalam skala nano, nanokatalis memiliki luas permukaan sentuh lebih besar sehingga ikatan antara satu partikel dengan partikel lain lebih mudah terbentuk, kemudian jumlah pereaksi lebih besar karena ukuran yang lebih kecil (Kaloari, dkk., 2014). Nanokatalis adalah bahan yang berfungsi sebagai katalis yang memiliki dimensi dalam skala nano (<100 nm).

Nanokatalis dapat dibuat secara kimia diantaranya dibuat dengan metoda *kopresipitasi*, *solvothetmal*, *sol gel*, *solid state*, dan lain-lain. Selain itu nanokatalis juga bisa dibuat secara fisika yaitu dengan menggunakan *Ball Mill*. Dalam penelitian ini alat yang akan digunakan untuk menjadikan batuan besi menjadi nanopartikel adalah alat *Ball Mill High Energy Milling Ellipse 3D Motion* (HEM-E 3D).

Untuk mendapatkan partikel nano yang berkualitas tergantung pada waktu *milling*. Kurniawan (2013) melakukan *milling* pada paduan MgAl dengan variasi waktu *milling* 2 jam, 5 jam, 10 jam, dan 20 jam, dimana ukuran butir semakin mengecil seiring bertambahnya waktu *milling*. Namun ketika serbuk dimilling selama 20 jam, terjadi penurunan luas area permukaan yang disebabkan terjadinya penggumpalan atau proses *aglomerasi* pada serbuk. Dengan demikian waktu *milling* 10 jam merupakan waktu *milling* yang optimal untuk mendapatkan partikel dengan *surface area* yang paling baik.

Berdasarkan hal tersebut, maka peneliti melanjutkan penelitian sebelumnya dengan judul Pengaruh Waktu Milling Terhadap Sifat Fisis Hematit(Fe_2O_3) Bijih Besi dari Kecamatan Sangir Balai Janggo, Kabupaten Solok Selatan. Dimana peneliti sebelumnya mengambil sampel di daerah tersebut.

B. Rumusan Masalah

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

1. Bagaimana pengaruh waktu milling terhadap struktur kristal hematit bijih besi dari Kecamatan Sangir Balai Janggo, Kabupaten Solok Selatan ?
2. Bagaimana pengaruh waktu milling terhadap ukuran butir serta morfologi permukaan partikel hematit bijih besi dari Kecamatan Sangir Balai Janggo, Kabupaten Solok Selatan ?

C. Batasan Masalah

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

1. Variasi waktu milling : 2 jam, 5 jam, dan 10 jam
2. Sifat fisis nanopartikel hematit ditinjau dari :
 - a. Struktur kristal
 - b. Ukuran butir serta morfologi permukaan

D. Tujuan Penelitian

Adapun tujuan dari penelitian ini adalah sebagai berikut :

1. Menyelidiki pengaruh waktu milling terhadap struktur kristal hematit Bijih Besi dari Kecamatan Sangir Balai Janggo, Kabupaten Solok Selatan.
2. Menyelidiki pengaruh waktu milling terhadap ukuran butir serta morfologi permukaan partikel hematit bijih besi dari Kecamatan Sangir Balai Janggo, Kabupaten Solok Selatan.

E. Manfaat Penelitian

Adapun manfaat yang diharapkan dari penelitian ini adalah:

1. Bagi penulis sebagai syarat untuk menyelesaikan program S1 di Jurusan Fisika Universitas Negeri Padang.
2. Hasil dari penelitian ini dapat dimanfaatkan oleh dunia industri, dimana nanopartikel yang didapat bisa dijadikan sebagai nanokatalis yang berguna sebagai penjernih air.
3. Menambah pengetahuan pembaca tentang pengaruh waktu milling terhadap nanopartikel hematit di dalam biji besi.
4. Menjadi tambahan literatur untuk peneliti selanjutnya.

BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

A. Bijih Besi

Bijih besi merupakan salah satu unsur yang paling banyak terdapat di bumi. Bijih besi memiliki penampakan dan morfologi yang beraneka ragam. Mayer (1980) berpendapat bahwa bijih besi dapat berupa karang keras sekali, butiran kecil, dan tanah yang gembur dengan warna yang beragam dari hitam hingga merah bata. Perbedaan warna dari bijih besi terjadi akibat kandungan oksida yang ada didalam bijih besi tersebut. Bentuk bijih besi dapat diperlihatkan pada Gambar 1.



Gambar 1. Bongkahan Bijih Besi (Sumber: Hayati, 2014)

Gambar 1 memperlihatkan bijih besi berbentuk bongkahan batu. Bijih besi primer amat kaya dengan besi oksida. Menurut Komatina (2004) bijih besi merupakan campuran FeO (*wustite*), Fe_3O_4 (*magnetite*) dan $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ (*hematite*) serta beberapa senyawa pengotor lainnya seperti Al_2O_3 , MgO , SiO_2 dan lain-lain sebagai komponen minor.

Berdasarkan penelitian Hayati (2014) diketahui hasil karakterisasi menggunakan XRF untuk sampel bijih besi yang terdapat di daerah Sungai Kunyit

Kecamatan Sangir Balai Janggo Kabupaten Solok Selatan Sumatera Barat sebelum dan setelah dimurnikan. Pemurnian bijih besi dilakukan dengan menggunakan magnet permanen, hal ini akan memungkinkan bijih besi yang dihasilkan merupakan bijih besi yang mengandung besi oksida. Cara memurnikan mineral besi oksida (magnetit) dari bijih besi, dilakukan dengan metoda penarikan oleh magnet. Serbuk bijih besi yang telah dihaluskan, ditempatkan ke dalam wadah yang lebar. Sebuah magnet yang dilapisi plastik, dimasukkan kedalam wadah. Lalu serbuk yang menempel pada magnet diambil dan dipisahkan. Hal ini dilakukan sebanyak 3 kali, agar serbuk yang tertarik adalah mineral besi oksida saja. Ketika pemurnian dilakukan maka senyawa pengotor yang tidak memiliki sifat magnetik seperti silika, mangan, dan alumina akan terpisah dari bijih. Hasil pemurnian ini dapat dilihat pada Tabel 1.

Tabel 1. Kandungan Bijih Besi

No	Bijih besi sebelum dimurnikan		Bijih besi setelah dimurnikan	
	Nama Unsur	Kadar (%)	Nama Unsur	Kadar (%)
1	Zn	0,292	Zn	0,208
2	Si	9,833	Si	4,793
3	Al	1,934	Al	1,279
4	Fe	69,596	Fe	87,509
5	K	0,283	K	0,071
6	Ag	0,885	Ag	0,248
7	Mn	16,395	Mn	4,832
8	P	0,34	P	0,26
9	Pb	0,103	Pb	0,029

(Sumber : Hayati, 2014)

Berdasarkan data analisis XRF yang dimasukkan pada Tabel 1 memperlihatkan kadar dari kandungan sampel bijih besi. Kandungan unsur penyusun bijih besi yang paling dominan adalah Fe disusul dengan unsur Mn, Si, Al, serta unsur minor lainnya. Setelah dilakukan pemurnian beberapa unsur penyusun bijih besi mengalami penurunan dan ada yang mengalami peningkatan. Seperti halnya unsur besi mengalami peningkatan yang cukup besar, sedangkan unsur Mn dan unsur minor lainnya mengalami penurunan. Setelah dimurnikan kadar besi pada bijih besi mengalami peningkatan menjadi 87,5 % dari total kadar kandungan bijih besi keseluruhan.

B. Mineral Hematite(Fe_2O_3) dari Bijih Besi

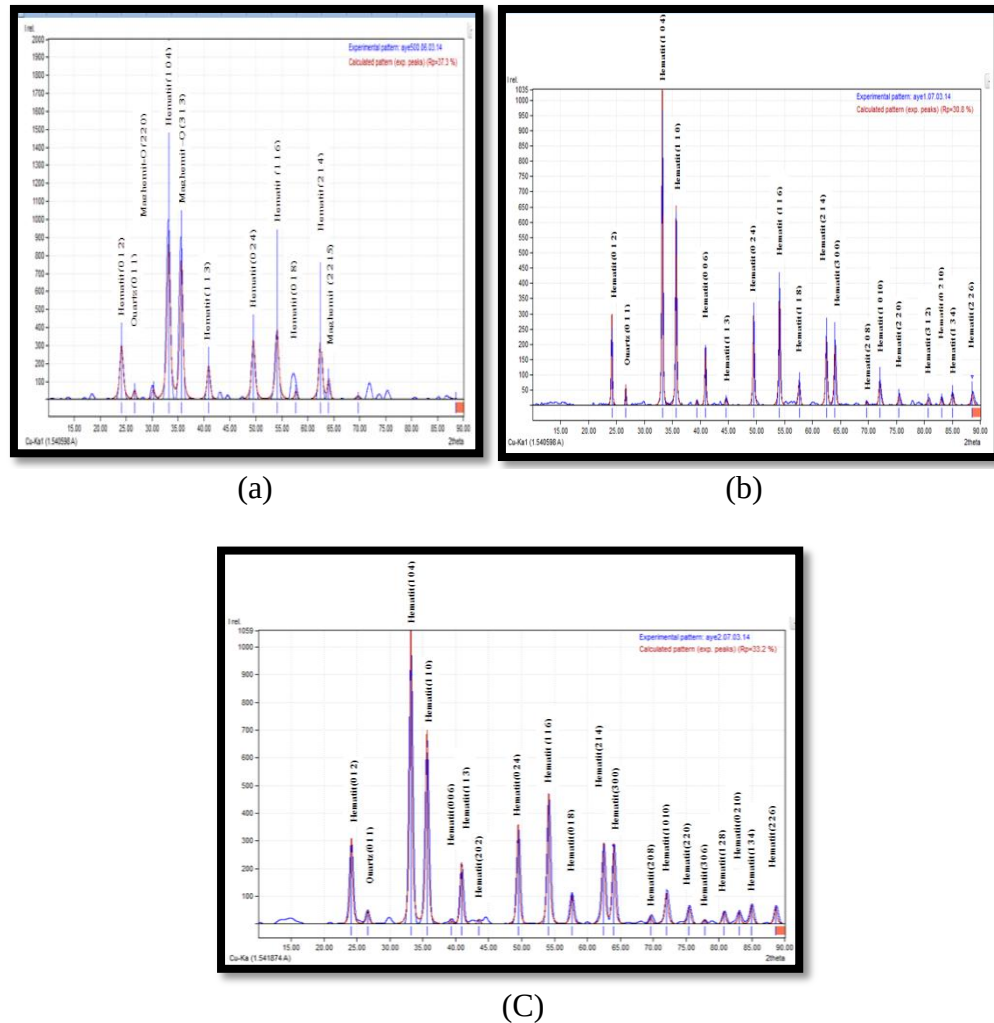
Hematit bisa didapatkan dengan melakukan proses kalsinasi pada bijih besi. Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan oleh Hayati (2014), mineral hematit lebih banyak didapatkan setelah melakukan kalsinasi pada suhu 700°C dan 900°C yang bisa dilihat pada Tabel 2.

Tabel 2. Fasa besi oksida yang terbentuk pada masing-masing sampel

Temperatur kalsinasi	Fasa Magnetit	Fasa Hematit	Fasa Maghemit
Tapa kalsinasi	√	√	
300°C	√	√	√
500°C		√	√
700°C		√	
900°C		√	

(Sumber : Hayati, 2014)

Pada Tabel 2 memperlihatkan perubahan fasa mulai terjadi pada temperatur kalsinasi 300⁰C. Pada temperatur kalsinasi 500⁰C semua fasa magnetit mengalami transformasi fasa ke maghemit secara keseluruhan. Pada temperatur kalsinasi 500⁰C juga terjadi transformasi fasa maghemit ke hematit. Pada temperatur kalsinasi 700⁰C dan 900⁰C semua fasa maghemit mengalami transformasi secara keseluruhan menjadi hematit. Hal ini bisa dilihat pada Gambar 2.



Gambar 2. Analisis hasil pengukuran XRD sampel a) 500⁰C, B) 700⁰C , C) 900⁰C (Hayati, 2014)

Berdasarkan Gambar 2a jenis mineral besi oksida yang terkandung pada sampel 500°C yaitu *Hematite*, pada gambar juga menunjukkan adanya jenis mineral besi oksida yaitu *maghemite-Q*. Sedangkan jenis mineral bukanbesi oksida yang terkandung yaitu *Quartz*. Sementara itu pada Gambar 2b juga memperlihatkan jenis mineral yang terkandung pada sampel 700°C yaitu *Hematite*, *maghemite-Q*, dan jenis mineral bukanbesi oksida yang terkandung yaitu *Quartz*. Pada Gambar 2c dapat dilihat bahwa kandungan mineral yang terdapat yaitu berupa *Hematite* sedangkan jenis mineral bukanbesi oksida yang terkandung yaitu *Quartz*. Penelitian yang dilakukan oleh Hayati (2014) memperlihatkan hematit memiliki struktur rhombohedral, setelah dilakukan pemanasan sampai dengan suhu kalsinasi 900°C tidak terlihat adanya perubahan struktur pada hematit yang bisa dilihat pada Tabel 3.

Tabel 3. Struktur besi oksida penyusun bijih besi

Suhu (°C)	Kom-posisi fasa	Struktur							Grup ruang	Sistem kristal
		A	b	c	α	β	γ			
26	Fasa I (Magnetit)	8.3952	8.3952	8.3952	90	90	90	Fd3m	Cubic	
	Fasa II (Maghemit)	-	-	-	-	-	-	-	-	
	Fasa III (Hematit)	5.0325	5.0325	13.7404	90	90	120	R3c	Rhombohedral	
300	Fasa I (Magnetit)	8.3952	8.3952	8.3952	90	90	90	Fd3m	Cubic	
	Fasa II (Maghemit)	8.3460	8.3460	25.0340	90	90	90	P43212	Tetragonal	
	Fasa III (Hematit)	5.0325	5.0325	13.7404	90	90	120	R3c	Rhombohedral	
500	Fasa I (Magnetit)	-	-	-	-	-	-	-	-	
	Fasa II (Maghemit)	8.3460	8.3460	25.0340	90	90	90	P43212	Tetragonal	
	Fasa III (Hematit)	5.0320	5.0320	13.733	90	90	120	R3c	Rhombohedral	
700	Fasa III (Hematit)	5.0343	5.0343	13.7362	90	90	120	R3c	Rhombohedral	
900	Fasa III (Hematit)	5.0343	5.0343	13.7362	90	90	120	R3c	Rhombohedral	

(Sumber : Hayati, 2014)

Berdasarkan Tabel 3 analisis data untuk bijih besi sebelum dikalsinasi mengandung fasa magnetit dengan struktur *cubic* unit sel $a=b=c=8.3952 \text{ \AA}$ dan fasa hematit *Rhombohedral* unit sel $a=b=5.0325 \text{ \AA}$, $c=13.7404 \text{ \AA}$. Sampel bijih besi yang dikalsinasi pada temperatur 300°C mengandung fasa magnetit dan fasa hematit yang memiliki struktur yang sama dengan sampel tanpa dikalsinasi, sedangkan fasa maghemit memiliki struktur *Tetragonal* unit sel $a=b=8.3460 \text{ \AA}$ dan $c=25.0340 \text{ \AA}$. Pada bijih besi yang dikalsinasi dengan temperatur 500°C muncul fasa maghemit yang strukturnya sama dengan sampel 300°C sedangkan fasa hematit yang muncul mengalami perbedaan unit sel dari sebelumnya yaitu *Rhombohedral* unit sel $a=b=13.733 \text{ \AA}$ dan $c=5.0320 \text{ \AA}$. Pada bijih besi yang dikalsinasi dengan temperatur 700°C dan 900°C memiliki struktur fasa hematit *Rhombohedral* unit sel $a=b=5.0343 \text{ \AA}$, $c=13.7362 \text{ \AA}$.

Mineral hematit (Fe_2O_3) merupakan salah satu mineral yang terdapat pada bijih besi. Bentuk butirannya heksagonal, tampilan batuan nya bulat. Secara umum berbentuk masif, massanya berisi butiran-butiran, pemat permukaannya berwarna-warni, warna batuan mineralnya merah kecoklat-coklatan. Warna hematit ini bervariasi mulai dari kuning-coklat sampai oranye merah dan ungu (Klein, 1993). Bentuk mineral Hematit dapat dilihat pada Gambar 3.



Gambar 3. Bentuk mineral Hematit (wikiwand.com)

Bentuk bulir hematit dengan proses menggunakan temperatur tinggi biasanya berbentuk bulat karena berasal dari proses-proses antropogenik. Secara alamiah proses antropogenik terjadi pada temperatur tinggi dalam proses dan produksi material yang berhubungan dengan Fe. Pada proses-proses dengan temperatur tinggi ini biasanya akan menghasilkan mineral-mineral berbentuk bulat. Selain itu, bulir mineral berbentuk bulat sering berasosiasi dengan unsur C, Al, Ca, Na, Si (Huliselan, 2009).

C. Nanopartikel *Hematit* (Fe_2O_3)

Nanopartikel (NP) didefinisikan sebagai partikel dengan diameter lebih kecil dari 100 nm. Nanopartikel memiliki beberapa kelebihan yaitu memiliki luas permukaan sentuh yang lebih besar sehingga ikatan antara satu partikel dengan partikel lain lebih mudah terbentuk. Kemudian jumlah pereaksi lebih besar karena ukuran yang lebih kecil (Kaloari, dkk., 2014). Salah satu aplikasi dari nanopartikel hematit yaitu sebagai nanokatalis hematit untuk penjernihan air. Nanokatalis hematit ketika bereaksi dengan air akan menghasilkan gugus hidroksil yang dapat bereaksi

dengan senyawa organik pada limbah (Kaloari, dkk., 2014). Nanokatalis hematit dapat disintesis dengan dua cara, yaitu secara *top down* (fisika) dan *bottom up* (kimia).

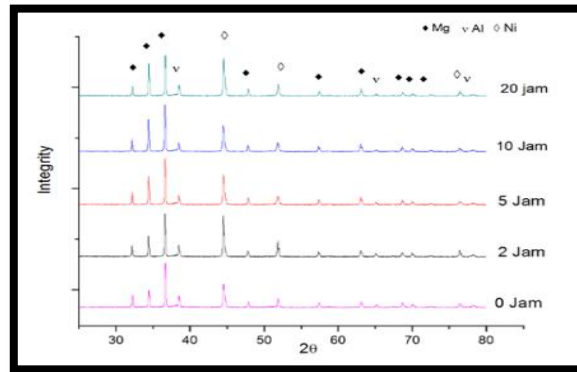
Top down merupakan pembuatan struktur nano dengan memperkecil material yang besar, sedangkan *bottom up* merupakan cara merangkai atom atau molekul dan menggabungkannya melalui reaksi kimia untuk membentuk nanostruktur. Contoh metode *top down* adalah penggerusan dengan alat *milling*, sedangkan teknologi *bottom up* yaitu menggunakan teknik *sol gel*, dan presipitasi kimia, (Kumar, 2005). Salah satu alat *milling* yaitu *High Energy Milling* (HEM) yang merupakan alat penggiling bola yang digunakan untuk melakukan proses pemaduan mekanik skala kecil dalam laboratorium.

Milling secara mekanik merupakan metoda yang sederhana dan efektif untuk menumbuhkan kristal padat (ukuran butiran kristal menjadi lebih kecil) tanpa melalui fasa vaporasi atau reaksi kimia, seperti yang biasanya diperlukan dalam proses sintesa lainnya. Mesin penghalus ini mampu mengubah sampel yang keras dan mudah pecah menjadi sampel analitis yang berbentuk serbuk (Mustofa, 2009).

D. Pengaruh Waktu Milling Terhadap Sifat Fisis Nanopartikel

Untuk mengetahui bagaimana pengaruh waktu milling terhadap sifat fisis nanopartikel dapat menggunakan alat *X-Ray Diffraction* (XRD). Penelitian yang dilakukan oleh Kurniawan, dkk (2010) mengenai pengaruh penambahan 10at.%Ni

dan waktu milling pada paduan MgAl hasil mechanical alloying dan sintering dapat dilihat pada Gambar 4.



Gambar 4. Hasil Uji XRD Serbuk dengan Milling 0 Jam, 2 Jam, 5 Jam, 10 Jam, dan 20 Jam (Kurniawan, 2010)

Pada Gambar 2 memperlihatkan perbedaan pola difraksi terjadi pada posisi 2θ yang menunjukkan adanya interaksi selama proses milling berlangsung. Selain terjadi perubahan posisi 2θ , pelebaran kurva juga terjadi pada setiap waktu milling yang dilakukan. Perubahan ini mengakibatkan ukuran kristal serta struktur kristal dari unsur pembentuk berubah. Pada Tabel 4 menunjukkan perubahan ukuran kristal berdasarkan perubahan posisi 2θ dan lebar kurva (FWHM) yang terjadi. Pengukuran ukuran kristal dari setiap unsur dihitung menggunakan rumus Scherrer sebagai berikut :

$$D = \frac{0,9\lambda}{B \cos \theta} \quad \dots\dots\dots (1)$$

Keterangan :

D = Ukuran butir

λ = Panjang gelombang

B = FWHM/ 2

θ = Sudut difraksi

Tabel 4. Analisa Data XRD Hasil Milling Terhadap Ukuran Kristal

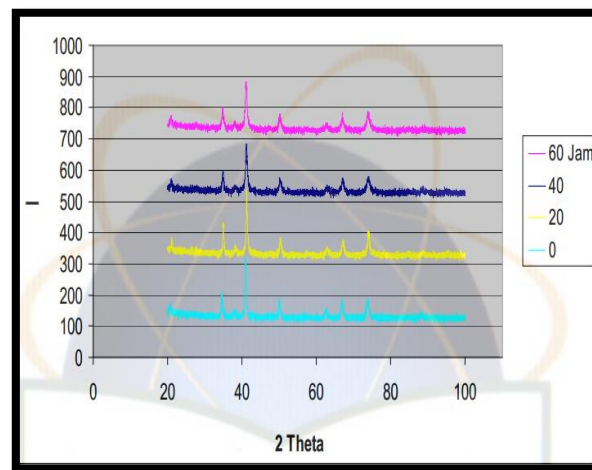
Sampel	Fasa	D (nm)
<i>As-Received</i>	Mg	48,75
	Al	40,70
	Ni	55,89
2 jam	Mg	48,57
	Al	44,37
	Ni	67,32
5 jam	Mg	50,11
	Al	42,55
	Ni	44,44
10 jam	Mg	49,17
	Al	37,86
	Ni	41,80
20 jam	Mg	49,50
	Al	39,54
	Ni	50,27

(Sumber : Kurniawan, 2010)

Pada Tabel 4 terlihat ukuran kristal pada setiap fasa mengalami perubahan seiring bertambahnya waktu milling. Pada setiap fasa memperlihatkan adanya penurunan dan kenaikan ukuran kristal. Fasa Mg memperlihatkan ukuran kristal menurun pada saat dimilling dengan waktu 2 jam yaitu sebesar 48,57 nm, namun pada saat waktu milling 5 jam ukuran kristal kembali naik yaitu sebesar 50,11. Ukuran kristal kembali menurun pada saat waktu milling 10 jam yaitu sebesar 37,86 nm. Sementara itu pada saat waktu milling 20 jam ukuran butir kembali membesar yaitu sebesar 49,50 nm. Begitu juga untuk fasa lainnya yaitu fasa Al dan Ni mengalami

kenaikan dan penurunan pada ukuran kristal. Hal ini dikarenakan pada saat proses milling serbuk mengalami penghancuran dan pengelasan secara berulang. Namun terkadang pada saat proses milling terdapat serbuk yang tidak tergiling secara sempurna dikarenakan bentuk desain pinggir bawah jar alat milling yang berbentuk kurva dapat menyebabkan terbentuknya dead zone yang merupakan daerah dimana serbuk tidak tergiling karena media penggiling (bola) tidak dapat mencapainya saat milling berlangsung.

Berdasarkan penelitian Septiyan (2010) menggunakan XRD telah didapatkan hasil milling pada pasir besi yang bisa dilihat pada Gambar 5.



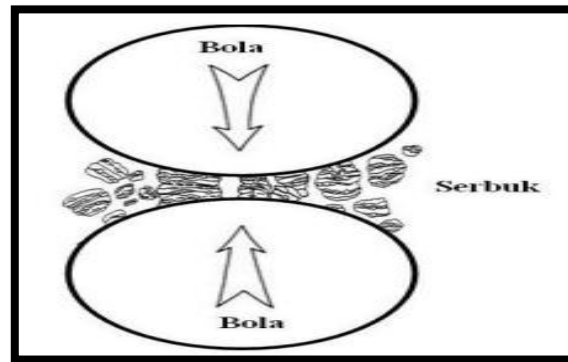
Gambar 5. Hasil XRD dari pasir besi yang dimilling pada waktu tertentu (Septiyan, 2010)

Pada Gambar 5 bisa dilihat terjadinya pelebaran dan penurunan pada puncak intensitas. Hal ini disebabkan karena pada sampel hasil milling terjadi pengecilan ukuran kristal pada saat proses milling, dimana selama proses ini terjadi tumbukan yang sangat hebat antara bola-bola milling. Pengecilan ukuran butir yang terjadi

dikarenakan pada saat proses milling menggunakan high energy ball milling akan terjadi mechanical alloying (MA) yaitu proses solid state serbuk dengan teknik yang menyertakan pengulangan penggabungan, penghancuran, dan penggabungan kembali (rewelding) untuk butiran serbuk. Dalam prosesnya semakin cepat perputaran ball mill maka energi yang dihasilkan juga semakin besar dan menghasilkan temperatur yang semakin tinggi.

Temperatur yang tinggi menguntungkan dibebberapa kasus yang memerlukan proses difusi untuk menunjang proses pepaduan pada serbuk dan mengurangi internal stress atau bahkan menghilangkannya. Akan tetapi dalam beberapa kasus peningkatan temperatur sangat merugikan karena dapat menghasilkan fasa yang tidak stabil sehingga akan membentuk struktur lainnya selama proses milling berlangsung dan ukuran serbuk menjadi lebih besar.

Selama proses mechanical alloying, partikel campuran serbuk akan mengalami proses pengelasan dingin dan penghancuran berulang-ulang. Ketika bola saling bertumbukan sejumlah serbuk akan terjebak diantara kedua bola tersebut dan akan mengakibatkan serbuk terdeformasi kemudian menjadi hancur. Permukaan partikel serbuk campuran yang baru terbentuk memungkinkan terjadinya proses pengelasan dingin kembali antara sesama partikel sehingga membentuk partikel baru yang ukurannya lebih besar dari ukuran semula. Kemudian partikel tersebut akan kembali mengalami tumbukan dan akhirnya kembali hancur, begitu seterusnya hingga mencapai ukuran nano (Amin, 2012). Mekanisme terjadinya tumbukan pada saat milling dapat dilihat pada Gambar 6.



Gambar 6.Mekanisme Terjadinya Tumbukan (Amin, 2012)

Pada Gambar 4 terlihat mekanisme terjadinya tumbukan, dimana serbuk berada diantara bola yang saling bertumbukan. Sejumlah serbuk akan terjebak diantara kedua bola tersebut dan akan mengakibatkan serbuk terdeformasi kemudian menjadi hancur.

Menurut Muhriz (2011) Ukuran butir kristal yang dimilling juga bisa dipengaruhi oleh beberapa hal yaitu :

1. Kontaminsi serbuk sampel dengan material bola penghancur dan *jar*

Meskipun memiliki kekerasan yang sangat tinggi, *stainless steel* pada bola penghancur dan *jar* tetap akan memberikan kontaminasi pada serbuk sampel yang digiling. Kecepatan penggilingan tinggi dan waktu penggilingan lama menyebabkan kontaminasi material pembentuk bola penghancur dan *jar* bisa dikatakan nyaris tidak dapat dihindari.

2. Ukuran bola penghancur

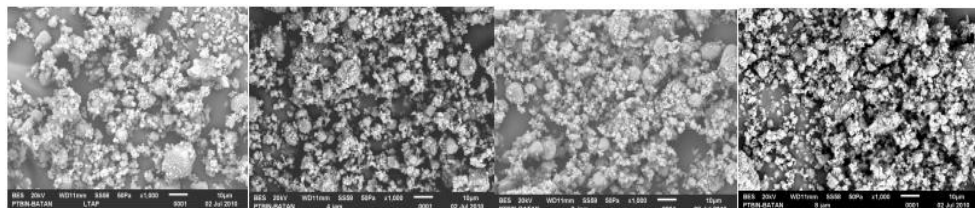
Bola-bola penghancur yang digunakan pada saat milling disarankan menggunakan diameter berbeda (kecil dan besar) karena dapat memberikan efek penggilingan lebih maksimal.

3. Pengaruh Bentuk *jar*

Desain pinggir bawah *jar* HEM-E 3D yang berbentuk kurva dapat menyebabkan terbentuknya *dead zone* yang merupakan daerah dimana serbuk tidak tergiling karena media penggiling (bola) tidak dapat mencapainya saat milling berlangsung.

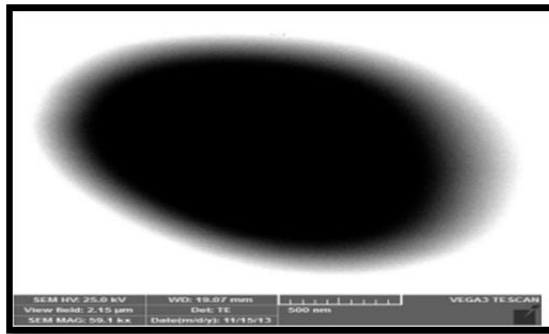
Untuk mengetahui pengaruh waktu milling terhadap ukuran butir serta morfologi permukaan maka dilakukan karakterisasi menggunakan *Scanning Electron Microscopic* (SEM). SEM merupakan instrument yang sangat handal dalam melihat struktur permukaan material ataupun bahan dalam ukuran mikro.

Berdasarkan penelitian Prihandoko, dkk (2010) tentang aplikasi HEM dalam pembuatan serbuk nano LTAP diketahui morfologi menggunakan SEM bahwa semakin bertambahnya waktu milling maka ukuran butir semakin halus yang dapat dilihat pada Gambar 7.



Gambar 7. Hasil SEM pembuatan serbuk nano LTAP dengan variasi waktu milling (Prihandoko, dkk, 2010)

Pada Gambar 7 terlihat penghalusan serbuk terlihat dengan semakin mengecilnya ukuran serbuk. Butiran serbuk yang berukuran besar juga terlihat semakin mengecil. Berdasarkan penelitian yang dilakukan oleh Kaloari, dkk (2014) memperlihatkan morfologi permukaan dari nanokatalis hematit yang diamati menggunakan Scanning Tunneling Electron Microscope (STEM) dapat dilihat pada Gambar 8.



Gambar 8. Citra SEM Nanokatalis Fe_2O_3 (Kaloari, dkk., 2014).

Pada Gambar 8 merupakan hasil dari karakterisasi yang dilakukan menggunakan Scanning Tunneling Electron Microscope (STEM) Tescan Vega3 SB, diperoleh informasi pada perbesaran 59000 kali, pada luas daerah pengamatan $2.15 \mu\text{m}$, partikel Fe_2O_3 yang teramati berukuran 500 nm berbentuk bulat pipih atau lonjong (Kaloari, dkk., 2014).

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

HEM E3D adalah mesin untuk menghasilkan nanopartikel yang didesain dan dikembangkan para pakar nanoteknologi Indonesia melalui berbagai inovasi, test dan

pengalaman. Desain *high energy ballmill* yang bergerak *ellips* secara tiga dimensi dapat meningkatkan kinerjanya menjadi lebih efisien. *High energy ballmill* ini memiliki pola gerakan ellips tiga dimensi yang mengoptimalkan tumpukan bola-bola dalam jar sehingga meningkatkan efektifitas penghancuran dan mempersingkat waktu milling. Sesuai untuk pembuatan fungsional nanomaterial dalam waktu relative singkat. Kompleksitas gerakan mesin ini sangat ideal untuk skala penelitian pada laboratorium institusi riset/ akademis hingga R&D pada industri.

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

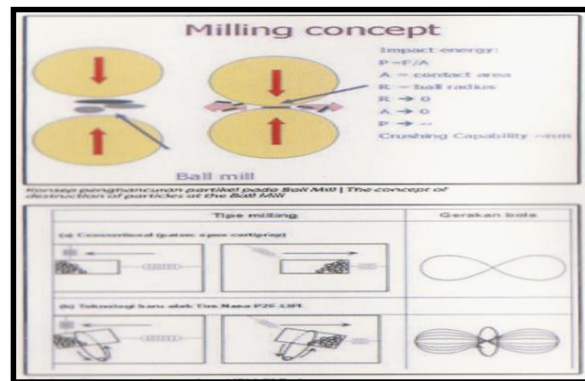


Gambar 9. *High Energy Milling Ellipse 3D (HEM-E 3D)*

(Sumber : Nanotech Indonesia)

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 10. Konsep penghancuran partikel pada ball mill dan perbandingan pola gerakan *HEM E3D* dengan teknologi terdahulu. (Sumber : Nanotech Indonesia)

Menurut Suryanarayana (2010) HEM merupakan alat penggiling bola sederhana dan tersusun rapi yang mampu menghancurkan sampel pada range 10-20 gr. Mesin penghalus multi guna ini dapat merubah sampel yang keras dan mudah pecah menjadi sampel analitis yang berbentuk serbuk, dan bisa juga membuat menjadi emulsi atau untuk melakukan *mechanical alloying*.

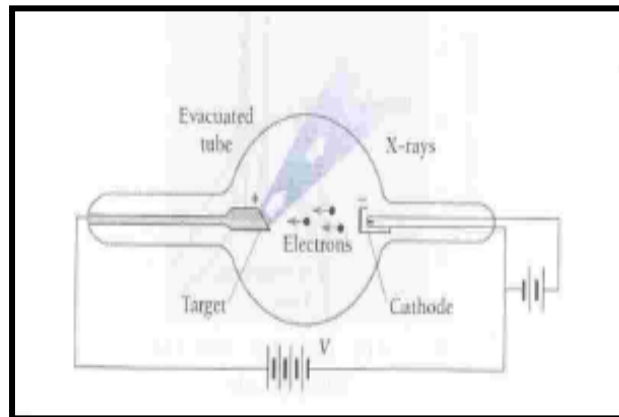
F. X-Ray Diffraction (XRD)

a. Sinar X

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

Sinar x ditemukan oleh Roentgen pada Tahun 1895 secara tidak sengaja ketika sedang bekerja menggunakan tabung–tabung geiger. Suatu garam barium yang dekat dengan tabung itu ternyata berfosforisensi. Roentgen berkesimpulan bahwa penyebab fosforisensi itu adalah suatu sinar tak tampak yang dipancarkan oleh anoda tabung Geiger. Sifat-sifat sinar tak tampak inilah yang kemudian dinamakan sinar-x, atau disebut juga dengan sinar roentgen. Sinar-x memiliki sifat-sifat berikut (Rosana, 2003):

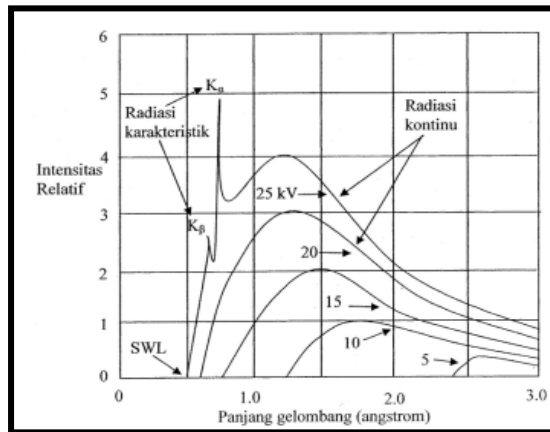
- 1) Memiliki daya tembus yang sangat besar, dapat menembus logam dan zat yang lain,
- 2) Menghitamkan plat fotografi.



Gambar 11. Diagram tabung sinar X (Beiser:1987)

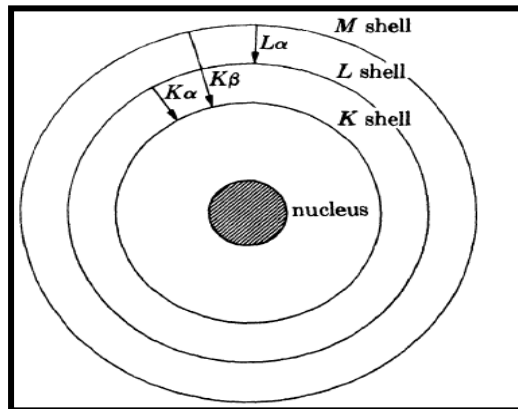
Gambar 11 merupakan diagram tabung sinar x. Sebuah katoda yang dipanasi oleh filamen berdekatan yang dilalui arus listrik menyediakan elektron terus-menerus dengan emisi termionik. Perbedaan potensial yang tinggi dipertahankan antara katoda dengan logam target, akibatnya elektron dipercepat ke arah target tersebut. Elektron yang bergerak dengan kecepatan tinggi tiba-tiba terhenti karena menubruk logam target, sehingga dihasilkan sinar x. Sinar-x yang terjadi karena proses pengereman diatas disebut juga “*Bremsstrahlung*”.

Sebagian kecil elektron-elektron yang dipercepat itu akan menubruk elektron pada kulit atom, akibatnya elektron pada kulit atom itu akan terpental sehingga tempat tersebut kosong. Kekosongan ini segera diisi oleh elektron dari kulit bagian atasnya disertai dengan pemancaran photon. Photon yang dihasilkan dengan dengan cara ini disebut sinar-x karakteristik



Gambar 12. Spektrum sinar-x *molybdenum* (Cullity, 1956)

Gambar 12 memperlihatkan jenis kurva yang diperoleh dari spektrum sinar x. Intensitas nol sampai panjang gelombang tertentu disebut dengan *short-wavelength limit* (λ SWL). Meningkat dengan cepat menuju maksimum dan kemudian menurun, dengan tanpa batas yang tajam untuk setiap panjang gelombang (Cullity, 1956). Radiasi yang dipancarkan oleh sinar-x dibagi menjadi dua komponen, yaitu spektrum kontinu dan spektrum karakteristik. Spektrum kontinu mempunyai jarak panjang gelombang yang lebar sedangkan spektrum karakteristik merupakan karakteristik dari logam yang ditembak (Smallman, 2000). Spektrum sinar-x kontinu dihasilkan dari peristiwa *bremstrahlung*. Sedangkan spektrum karakteristik terjadi apabila elektron terakselerasi mempunyai cukup energi untuk mengeluarkan satu elektron dalam dari kulitnya.



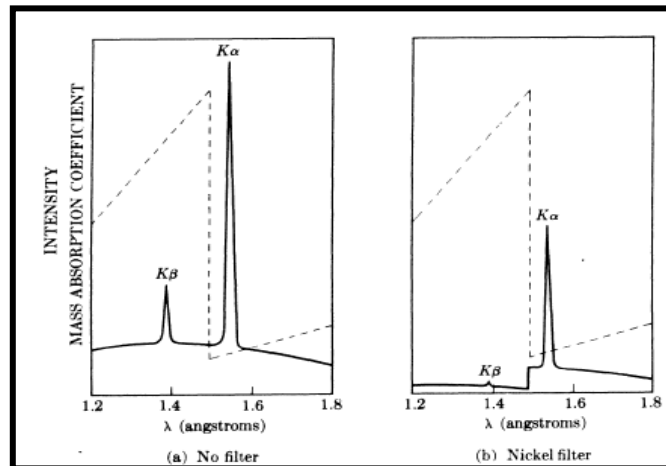
Gambar 13. Transisi elektron (Cullity, 1956)

Gambar 13 menampilkan apabila elektron berpindah dari kulit L ke kulit K maka radiasi emisi yang dihasilkan disebut radiasi $K\alpha$ sedangkan bila elektron mengalami perpindahan dari kulit M ke kulit K maka radiasi emisi yang dihasilkan disebut radiasi $K\beta$.

Pada penggunaannya sinar-x yang diperlukan adalah sinar x monokromatik, namun kenyataannya eksitasi $K\alpha$ dan $K\beta$ muncul bersama-sama. Ketika sinar-x mengenai suatu bahan maka sinar-x tersebut mengalami transmisi dan ada yang mengalami absorpsi sesuai dengan Persamaan 6:

$$I_x = I_0 e^{-\mu x} \quad (6)$$

Dimana I_0 adalah intensitas awal sinar-x, I_x adalah intensitas transmisi sinar-x setelah melewati bahan dengan ketebalan x , μ adalah koefisien absorpsi linear yang bergantung pada panjang gelombang sinar-x dan jenis material pengabsorpsi. Radiasi yang keluar dari pembangkit sinar x diperlihatkan pada Gambar 11.



Gambar 14. Perbandingan radiasi Cu dengan filter dan tanpa filter (Cullity, 1956)

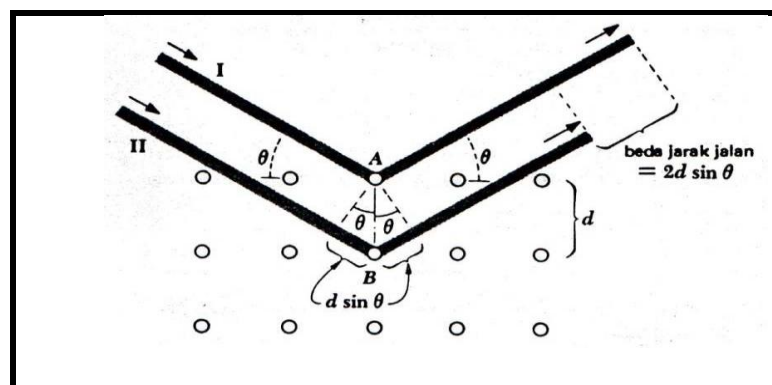
Gambar 14 memperlihatkan radiasi yang keluar dari pembangkit sinar x, tidak hanya radiasi $K\alpha$ yang kuat tetapi juga ada radiasi $K\beta$ yang lemah dan sepektrum kontinu. Padahal dalam penggunaan sinar x yang diperlukan adalah sinar x yang monokromatik atau hanya memiliki satu panjang gelombang saja, untuk itu maka diperlukanlah filter. Filter digunakan untuk mengabsorpsi radiasi $K\beta$ yang lemah dan radiasi $K\alpha$ yang cukup kuat akan diteruskan sehingga hasil yang keluar sinar x menjadi monokromatik.

b. Difraksi Sinar-X

Difraksi sinar x oleh sebuah material terjadi akibat dua fenomena: pertama hamburan oleh tiap atom dan kedua Interferensi gelombang-gelombang oleh tiap atom-atom tersebut. Interferensi ini terjadi karena gelombang-gelombang yang dihamburkan oleh atom memiliki koherensi dengan gelombang datang dan demikian pula dengan mereka sendiri (Pratapa, 2004). Apabila suatu bahan dikenai sinar-x

maka intensitas sinar-x yang ditransmisikan lebih kecil dari intensitas sinar datang. Hal ini disebabkan adanya penyerapan oleh bahan dan juga penghamburan oleh atom-atom dalam material tersebut. Berkas sinar yang dihantarkan tersebut ada yang saling menghilangkan karena fasenya berbeda dan ada juga yang saling menguatkan karena fasenya sama.

Berkas sinar-x yang saling menguatkan disebut sebagai berkas difraksi. Persyaratan yang harus dipenuhi agar berkas sinar-x yang dihamburkan merupakan berkas difraksi yang dikenal sebagai Hukum Bragg. Menurut Bragg berkas yang terdifraksi oleh kristal terjadi jika pemantulan oleh bidang sejajar atom menghasilkan interferensi konstruktif. Pemantulan sinar-x oleh sekelompok bidang paralel dalam kristal merupakan gambaran dari difraksi atom-atom kristal. Difraksi oleh atom-atom kristal merupakan pantulan sinar-x oleh sekelompok bidang-bidang paralel dalam kristal seperti terlihat pada Gambar 15. Arah difraksi sangat ditentukan oleh geometri kisi, yang bergantung pada orientasi dan jarak antar bidang kristal.



Gambar 15. Difraksi Bragg (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 7:

$$n\lambda = 2d_{hkl} \sin \theta \quad (7)$$

Pernyataan ini adalah hukum Bragg. Pemantulan Bragg dapat terjadi jika $\leq 2d$, karena itu tidak dapat menggunakan cahaya kasat mata, dengan n adalah bilangan bulat = 1,2,3, ... (Beiser, 1992). Arah berkas yang dipantulkan oleh atom dalam kristal ditentukan oleh geometri dari kisi kristal yang bergantung pada orientasi dan jarak bidang kristal. Suatu kristal yang memiliki simetri kubik ($a = b = c$, $\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$) dengan ukuran parameter kisi, $a = b = c$, maka sudut-sudut berkas yang didifraksikan dari bidang-bidang kristal (hkl) dapat dihitung dengan rumus jarak antar bidang sebagai pada Persamaan 8:

$$\frac{1}{d^2} = \frac{h^2 + k^2 + l^2}{a^2} \quad (8)$$

Dengan menerapkan hukum Bragg dari Persamaan (7) dan mensubstitusikan ke Persamaan (8), sehingga diperoleh Persamaan 9:

$$\sin^2 \theta = \frac{\lambda^2}{4a^2} [(h)^2 + k^2 + l^2] \quad (9)$$

a , b , dan c adalah parameter kisi dan $h k l$ adalah indeks untuk menyatakan arah bidang kristal (indeks miller). Dari Persamaan (9), parameter kisi dan kristal dapat ditentukan. Untuk menentukan parameter kisi $a = b = c$, akan diperoleh Persamaan 10:

$$a = \frac{\lambda^2}{\sin \theta} \sqrt{\left(\frac{h^2 + k^2 + l^2}{4} \right)} \quad (10)$$

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

Jarak antar bidang-bidang kristal (hkl) dapat ditentukan untuk ke tujuh kisi Bravais dengan menggunakan persamaan Persamaan sebagai berikut (Cullity, 1956):

a. Kubik

$$\frac{1}{d^2} = \frac{h^2 + k^2 + l^2}{a^2}$$

b. Rombohedral

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

c. Tetragonal

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

d. Orthorombik

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

e. Monoklinik

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

f. Heksagonal

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

g. Trikinik

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

Dengan V = volume satuan sel

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

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

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

c. Faktor Struktur

Faktor struktur digunakan untuk menentukan intensitas hamburan oleh struktur atom tertentu. Faktor struktur yang merupakan penjumlahan dari gelombang yang terhambur oleh individu-individu partikel. Faktor struktur dapat dituliskan pada Persamaan 11:

$$F_{hkl} = \sum_{\mathbf{r}} f_n e^{2\pi i (hu + kv + lw)} \quad (11)$$

Keterangan:

f : faktor hamburan

F : faktor struktur

N : Jumlah gelombang terhambur

h,k,l : bidang kristal

u,v,w : koordinat atom

Faktor struktur menentukan intensitas yang muncul pada difraktogram yang berperan penting dalam menentukan karakteristik dari kisi kristal. Dimana intensitas yang muncul sebanding dengan faktor struktur. Hal ini sesuai dengan Persamaan 12.

$$I = |f|^2 p \left(\frac{1 + \cos^2 2\theta}{\sin^2 \theta \cos \theta} \right) \quad (12)$$

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

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

Seperti halnya :

a. Sempel kubik

Sempel kubik merupakan jenis sel yang mempunyai atom-atom yang berada dibagian pojok-pojoknya saja, dengan kata lain memiliki fraksi koordinat 0 0 0. Sehingga faktor struktur dari sempel kubik dapat diperlihatkan pada persamaan 13.

$$F = f e^{2\pi i(\mathbf{0})} = f$$

$$F^2 = f^2$$

Artinya Intensitas selalu muncul pada sembarang nilai hkl

b. Kubik berpusat badan

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

Memiliki faktor seperti pada Persamaan 14:

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

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

c. Kubik berpusat muka

Sel ini berisi empat atom sejenis berada pada 000 , $\frac{1}{2}\ \frac{1}{2}\ 0$, $\frac{1}{2}\ 0\ \frac{1}{2}$, dan $0\ \frac{1}{2}\ \frac{1}{2}$ sehingga faktor strukturnya pada persamaan 15:

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

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

Jika h , k , dan l sama, maka ada tiga kesimpulan $(h + k)$, $(h + l)$ dan $(k+l)$ merupakan bilangan bulat genap dan setiap syarat pada Persamaan di atas bernilai 1, maka:

$$F = 4f$$

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

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

Sebagai contoh h dan l genap dan k gasal, maka:

$$F = 0$$

$$F^2 = 0$$

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

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

Besar panjang gelombang de Broglie electron adalah :

$$\lambda = \frac{h}{p} \quad (1)$$

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

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

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

$$K = eV \quad (3)$$

Menggunakan persamaan (2) dan (3) dapat ditulis momentum electron sebagai

$$p = \sqrt{2meV} \quad (4)$$

dengan demikian panjang de Broglie yang dimiliki electron adalah

$$\lambda = \frac{h}{\sqrt{2meV}} \quad (5)$$

umumnya tegangan yang digunakan pada SEM adalah puluhan kilo volt. Sebagai ilustrasi, misalkan SEM dioperasikan pada tegangan 20 kV maka panjang gelombang de Broglie electron sekitar 9×10^{-12} m.

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

Cara kerja dari alat SEM adalah sebagai berikut :

- a. Electron gun menghasilkan electron beam dari filament. Pada Electron gun digunakan tungsten hairpin gun dengan filament berupa lilitan tungsten yang berfungsi sebagai katoda. Tegangan yang diberikan kepada lilitan mengakibatkan terjadinya pemanasan. Katoda kemudian membentuk gaya yang dapat menarik electron ke anoda.

- b. Lensa magnetik (*electron lens*) memfokuskan elektron menuju suatu titik pada permukaan sampel.
- c. Sinar elektron yang terfokus memindai (*scan*) keseluruhan sampel dengan diarahkan oleh koil pemindai.

Ketika elektron mengenai sampel, maka akan terjadi hamburan elektron menjadi elektron sekunder atau *backscattered electron* dari permukaan sampel dan dideteksi oleh *detector*, sehingga signal dari *detector* dikuatkan oleh *amplifier* dan dimunculkan dalam bentuk gambar pada monitor CRT.

BAB V

PENUTUP

A. Kesimpulan

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

1. Pengaruh waktu milling terhadap struktur kristal hematit terlihat bahwa pada saat waktu milling 2, dan 5 jam struktur kristal yang terbentuk yaitu *Monoclinic* dan *Rhombohedral*. Sedangkan waktu milling 10 jam struktur berubah dari *Cubic*, *Rhombohedral*, ke struktur *Tetragonal*. Jadi waktu milling 10 jam struktur kristalnya berubah.
2. Pengaruh waktu milling 2, 5, dan 10 jam pada sampel hematit menyebabkan perubahan pada ukuran butir namun tidak berpengaruh pada morfologi permukaannya. Dimana pada saat waktu milling 2 dan 5 jam bentuk morfologinya bulat tetapi ukuran butirnya mengecil. Sedangkan waktu milling 10 jam bentuk morfologinya bulat tetapi ukuran butirnya kembali membesar. Ukuran butir berturut-turut yaitu sebesar 375nm, 293nm, dan 466nm.

B. Saran

Agar ukuran butir dapat mencapai ukuran <100 nm, maka peneliti selanjutnya bisa mencoba metoda lain yaitu metoda kimia seperti metoda *kopresipitasi*, *solvothermal*, *sol gel*, dan *solid state*.

DAFTAR PUSTAKA

- Abdullah, M. dan Khairurrijal. 2010. Karakterisasi Nanomaterial Teori Penerapan dan Pengolahan Data. Bandung : CV. Rezki Putra.
- Amin BS, Hariyanti P. 2012. Pengaruh kecepatan milling terhadap perubahan struktur mikro komposit Mg/Al₃Ti. J Teknik ITS. 1(1): 113-116.
- Beiser, Arthur. 1987. Konsep Fisika Modern. Jakarta: Erlangga.
- Cullity. 1956. Element of X-Ray Diffraction. Addison-Wesley Pub, Co. Inc. Massachusetts.
- Efi, Yulian. 2013. Potensi Energi dan Sumber Daya Mineral. Kab. Solok Selatan: ESDM Kabupaten Solok Selatan.
- Handayani, A., dkk. 2007. Pengamatan Strukturmikro dengan Mikroskop Optik Dan Scanning Electron Microscope (SEM-EDAX). Pusdiklat. Jakarta. 21 – 31 Mei 2007.
- Hayati, Sukma. 2014. Pengaruh Variasi Temperatur Kalsinasi Terhadap Karakteristik Besi Oksida dari Bijih Besi yang Terdapat di Sungai Kunyit Kecamatan Sangir Balai Janggo, Kabupaten SolokSelatan. UNP : Padang (Skripsi).
- Huliselan, K.S., 2010. Scanning Electron Microscopy and Magnetic Characterization of Iron Oxides In Solid Waste Landfill Leachate. Journal of Hazardous Materials ITB.
- Septiyan, Irfan.2010. Pengaruh Milling Terhadap Peningkatan Kualitas Pasir Besi Sebagai Bahan Baku Industri Logam
- Irvan, M. 2008. Mineralogi Magnetik Lumpur Sidoarjo. ITB : Bandung (Tesis). www.merdeka.com (didownload tanggal 07 Maret 2015).
- Kaloari, R. M., dkk., 2014. Sintesis dan Karakterisasi Nanokatalis α -Fe₂O₃ dengan Bahan Penyangga Mesopori SiO₂. Prosiding Pertemuan Ilmiah XXVIII HFI Jateng & DIY, Yogyakarta, 26 April 2014 ISSN : 0853-0823.
- Komatina, M., Heinrich W., Gudenau. 2004. The sticking problem during direct reduction of fine iron ore in the fluidized bed. Jurnal of metallurgy 309-3.

- Kumar, dkk. 2005. Nanofabrication Towards Biomedical Applications. Wiley-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA, Weinheim. Germany.
- Kurniawan, Hariyati, P. 2013. Pengaruh Penambahan 10at.%Ni dan Waktu Milling pada Paduan MgAl Hasil Mechanical Alloying dan Sintering. Jurnal Teknik Pomits. Vol. 2, No. 2.
- Mayer K. 1980. Pelletizing Of Iron Ores. Germany : Springer-Verlag Berlin.
- Muhriz, M., dkk., 2011. Pembuatan Zeolit Nanopartikel dengan Metode High Energy Milling (*Zeolite Nanopartikel dengan Metode High Energy Milling Method*). Jurnal Sains dan Matematika. Vol. 19: 11-17 (2011).
- Mustofa, S. dan Yunasfi. 2009. Pembuatan Karbon Berstruktur Nano dengan Metode High Energy Milling. Jurnal Sains Materi Indonesia. Vol. 10 No. 3 Tahun 2009. 288-291.
- Nanotech Indonesia. 2014. High Energy Milling E3D (HEM E3D). Banten : PUSPIPTK Serpong.
- Pratapa, Suminar. 2004. Prinsip-Prinsip Difraksi Sinar-X. Makalah seminar XRD.
- Prihandoko, dkk. 2010. Aplikasi HEM dalam Pembuatan Serbuk Nano LTAP. Jurnal Ilmu Pengetahuan dan Teknologi TELAAH. Vol. 27.
- Rosana, Dadan dkk. 2003. Konsep Dasar Fisika Modern. IMSTP.
- Suryanarayana. 2001. Mechanical Alloying and Milling. Departmen Metallurgi & Materials Engineering, Colorado School of Mines, Golden CO 80401-1887. USA.
- Smallman. 2000. Smallman R.E., R.J. Bishop. 2000. Metalurgi Fisik Modern dan Rekayasa Material. Jakarta: Erlangga