

PENGARUH WAKTU MILLING TERHADAP STRUKTUR KRISTAL MAGNETITE (Fe_3O_4) BERBAHAN DASAR MINERAL VULKANIK DARI GUNUNG TALANG SUMATERA BARAT

Yuli Pratiwi¹⁾, Ramli¹⁾, Ratnawulan¹⁾

¹FMIPA, Universitas Negeri Padang

email: yulipratiwiok@gmail.com

Abstract

The available of iron sands in west sumatera only exploit in raw condition (raw material) so that the value of sell is low. One of solution to make higher value of sell is knowing it's characteristic. Iron sands characteristic can be known based on crystal structure, the size of crystal and magnetite structure from iron sands around Kecamatan Lembah Jaya, Kecamatan Gunung Talang and Kecamatan Danau Kembar, Kabupaten Solok, Provinsi Sumatera Barat as the resut of milling time variation. This research aim are to investigate the influence of milling time to magnetite crystal and investigate the influence of milling time to size of magnetite crystal using X-Ray Diffraction. This is experiment research that have been done in Material Laboratory of Physics Departement. In this research, there is a variation of time milling. X-Ray Diffraction (XRD) is used in identification of structure dan size of crystal. X-Ray Flouresence (XRF) is used in gather the data of magnetite level in iron sands before and after milling. The result of this research shows that increasing time milling caused the change of fasa from hematite to magnetite. Increasing time milling variation cause the change of magnetite structure from rhombohedral to cubic structure. Increasing the time milling cause size of magnetite crystal increase up to certain time milling and then decrease, then some keep increase again. Such as a magnetite crystal before milling, 88,01 nm and after milling in 25 hours it becomes 71,10 nm, milling in 30 hours it becomes 78,63 nm. In 35 and 40 hours of milling, it decreases to 55,42 and 49,86 nm. In 45 hurs milling, it increases to 66,25. The smaller the size of crystal, the magnetite particle can be used as heavy metal binding that present in waste.

Kata Kunci : Magnetite, crystal structure, crystal size, milling time variation, XRD, dan XRF.

PENDAHULUAN

Indonesia merupakan negara yang kaya akan sumber daya alam terutama bahan- bahan galian industri atau bahan tambang. Bahan galian di Indonesia hampir menyebar diseluruh wilayah. Sumber- sumber yang menyebutkan tentang jenis, jumlah cadangan terhitung, kualitas, daerah penyebaran dan kegunaannya masih sangat terbatas, hal ini disebabkan karena banyaknya jenis bahan galian industri, termasuk yang belum diketahui kegunaannya disamping kualitas yang masih belum memenuhi persyaratan. Percepatan terhadap pengelolaan sumber daya mineral dapat dilakukan dengan menggali potensi dan mengidentifikasi jenis- jenis mineral beserta kandungan di dalam sumber daya mineral. "Identifikasi jenis- jenis mineral penting dilakukan sebagai inventarisasi kekayaan alam dimana nantinya akan berdampak pada percepatan dan perluasan pembangunan ekonomi khususnya di Sumatera Barat"[12]. Salah satu kekayaan alam tersebut pasir besi. Pasir besi terdapat dalam beberapa bentuk deposit yang tersebar luas hampir di semua pulau besar di Indonesia.

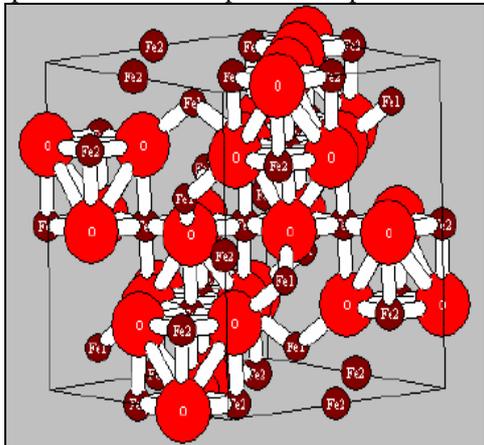
Pasir besi merupakan sumber daya mineral alam yang banyak terdapat di Indonesia. Pasir besi

banyak ditemukan pada sedimen gunung vulkanik dan sedimen laut yang terendap di pesisir pantai. "Pasir besi dari Gunung vulkanik dihasilkan melalui letusan yang mengeluarkan semburan larva panas, debu, kerikil batu dari dalam dapur magma. Keberadaan sungai besar berhulu pada batuan produk Gunung api, memungkinkan keberadaan endapan residual pasir besi di bagian hilirnya" [1]. Sedangkan pada pasir besi sedimentasi laut merupakan hasil dari erosi air laut terhadap bebatuan yang terdapat di laut kemudian pecahan batu terbawa bersama ombak laut sampai ke pantai. Pasir besi dari hasil sedimen Gunung vulkanik banyak terdapat di pulau sumatera, salah satu diantaranya yaitu di Gunung Talang.

"Gunung Talang terletak di wilayah Kecamatan Lembah Jaya, Kecamatan Gunung Talang, dan kecamatan Danau Kembar, Kabupaten Solok, Provinsi Sumatera Barat, yang secara Geografis puncaknya berada pada posisi 0°58'42,24" Lintang Selatan dan 100°40'46,19" Bujur Timur. Perjalanan ke puncak dilakukan dari lereng utara atau dari lereng selatan dengan waktu tempuh lebih kurang empat jam" [10].

"Pasir besi yang terdapat di Gunung Talang disebut juga pasir hitam (*black sands*) dikarenakan mempunyai warna hitam. Dimana pasir besi ini

banyak mengandung mineral- mineral magnetik seperti magnetit (Fe_3O_4), hematit ($\alpha - \text{Fe}_2\text{O}_3$), dan maghemit ($\gamma - \text{Fe}_2\text{O}_3$) sehingga pasir besi dapat digunakan di dalam industri”[6]. Magnetit dapat digunakan sebagai bahan dasar pembuatan tinta kering / toner dimana biasa digunakan di dalam mesin fotokopi dan printer laser. Maghemit merupakan bahan utama pembuatan pita kaset .



Gambar 5. Struktur spinel Fe_3O_4 berdasarkan ICSD dengan kode 30860[6]

Pasir besi sampai saat ini hanya dimanfaatkan untuk beberapa keperluan yang bernilai ekonomi rendah, misalnya untuk bahan campuran semen atau bahan bangunan. Pemanfaatan seperti itu kurang optimal, sebab mineral yang terkandung dalam pasir besi sebenarnya sangat potensial untuk diolah menjadi berbagai produk industri bernilai tinggi. Nilai pasir besi dapat kita tingkatkan dengan menjadikannya sebagai bahan baku pembuatan nanopartikel magnetite (Fe_3O_4).

Bagaimanapun, beberapa sifat nano magnetite ini bergantung pada ukurannya. Sebagai contoh, ketika ukuran suatu partikel nano magnetite dibawah 10 nm, akan bersifat superparamagnetik pada temperatur ruang, artinya bahwa energi termal dapat menghalangi anisotropi energi penghalang dari sebuah partikel nano tunggal. Nanoteknologi adalah ilmu dan rekayasa dalam penciptaan material dan struktur fungsional dalam skala nanometer. Perkembangan nanoteknologi selalu dikaitkan dengan riset mengenai material berukuran nano atau disebut juga nanomaterial. Salah satu nanomaterial yang sedang menjadi perhatian peneliti sekarang ini adalah nanopartikel.

Hal menarik dalam mengembangkan nanoteknologi adalah karena sifat- sifat material yang meliputi sifat fisis, kimiawi, maupun biologi berubah ketika dimensi material masuk kedalam skala nanometer. Sifat- sifat tersebut bergantung pada ukuran, bentuk, kemurnian, permukaan, maupun topologi material. Bahan nanopartikel mempunyai ukuran dimana ukurannya dapat dikontrol dalam pembentukannya dari ukuran 1 nanometer sampai 10 nanometer. Karena ukuran kecil bisa dibandingkan

dengan sel (10-100 μm), virus (20-450 nm), protein (5-50 nm) atau gen (2 nm lebar dan 10-100 nm panjang)[12]. Hal tersebut berarti bahan *magnetite* nanopartikel dapat berinteraksi dengan satuan biologi.

“Mineral magnetite (Fe_3O_4) menjadi prioritas dalam kegiatan riset karena magnetite (Fe_3O_4) memiliki keunggulan dibandingkan dengan senyawa mineral lainnya. Sifat magnetik yang dimiliki magnetite sangat baik dalam merespon medan magnet luar. Sifat magnetik ini menjadikan magnetite lebih unggul dibandingkan senyawa lain yang terkandung dalam pasir besi”[8]. Beberapa tahun terakhir magnetite (Fe_3O_4) menjadi bahan kajian yang menarik perhatian para ahli karena peluang aplikasinya luas, terutama dalam bidang industri. Untuk menghasilkan nilai jual tinggi maka ukuran bahan yang masih digunakan dalam ukuran besar dapat diolah kembali menjadi ukuran yang lebih kecil yaitu dalam skala nanometer.

“Magnetite (Fe_3O_4) adalah material hitam dengan sifat magnetik kuat sehingga membuat permukaan magnetite bersifat reaktif dan memiliki luas permukaan yang besar. Selain itu magnetit juga menunjukkan perilaku superparamagnetik untuk ukuran butir dibawah 30 nm. Oleh karena itu, secara teori magnetite dapat diaplikasikan dibidang lingkungan khususnya dijadikan sebagai absorben untuk mengikat ion logam berat “[17].

“Magnetite (Fe_3O_4) merupakan salah satu oksida besi selain maghemit ($\gamma - \text{Fe}_2\text{O}_3$) dan hematit ($\alpha - \text{Fe}_2\text{O}_3$) yang menunjukkan kemagnetan paling kuat diantara oksida- oksida besi yang lain sehingga banyak dimanfaatkan di berbagai bidang. Magnetite menunjukkan manfaat yang semakin luas dengan sifat kemagnetan kuat dan dalam skala nanometer, salah satunya adalah sebagai pengikat logam berat yang terdapat dalam air limbah. Daya serapnya yang besar serta kemampuan merespon medan magnet sehingga memudahkan proses pemisahan absorben dari larutan”[3].

Selain itu banyak lagi aplikasi yang didapatkan pada pembuatan nanopartikel magnetite, seperti pada bidang medis nanopartikel magnetite yang bersifat biocompatible digunakan sebagai agen dalam bioimaging yakni MRI(*Magnetic Resonance Imaging*) *contranst agent*, *Drug Delivery System* baik dengan cara *conjugation* ataupun *encapsulation*, *Hyperthermia* misalnya untuk membunuh sel tumor secara thermogenesis dan Cell Labelling.” Keuntungan yang diperoleh dari penggunaan nanopartikel magnetite di bidang medis adalah rasio antara luas permukaan dan volume partikel besar serta kemudahan untuk diakses ke jaringan tubuh”[5].

Dalam perkembangan penelitian di bidang material saat ini, khususnya dalam skala nano sangat banyak dilakukan diseluruh dunia. Material

nanopartikel adalah material yang memiliki ukuran butirnya kecil dari 100 nm[9]. Material nanopartikel memiliki sejumlah sifat kimia dan sifat fisika yang lebih unggul dari material berukuran besar (*bulk*). Produk yang dihasilkan dalam skala nanometer dikenal dengan istilah nanomaterial.

Nanopartikel dapat dibuat secara kimia dan secara mekanik, dimana secara sintesis kimia, seperti kopresipitasi, *reverse micelle method*, sintesis *microwave plasma*, teknik sol-gel, *freeze drying*, *ultrasound irradiation*, metode hidrotermal, teknik pirolisis laser, dan lain-lain. Metode kopresipitasi merupakan metode sintesis yang paling sederhana, mudah dan tidak membutuhkan temperature yang tinggi, namun dapat menghasilkan partikel Fe₃O₄ dalam orde nanometer. Metode secara mekanik dapat dilakukan dengan penggilingan mekanik (*mechanical milling*) menggunakan ball mill. Keuntungan menggunakan milling secara mekanik merupakan metode yang sederhana dan efektif untuk menumbuhkan kristal padat (ukuran kristal menjadi kecil) tanpa melalui reaksi kimia yang membutuhkan waktu yang lama dalam proses sintesis nanopartikel.

Berdasarkan penelitian [2] telah dilakukan yaitu tentang pengaruh pemanasan pada struktur kristal dan sifat kemagnetan Fe₃O₄ dari pasir besi. "Pada penelitiannya nanopartikel magnetit disintesis menggunakan metode kopresipitasi pada temperatur ruang dan dipanaskan". Hasil dari analisis didapatkan magnetit mengalami transisi fasa dan struktur pada temperatur 500°C, dengan ukuran partikel magnetit bernilai 11,8 - 13,45 nm. Adapun penelitian yang dilakukan pada [14] kajian tentang nanopartikel magnetite (Fe₃O₄) menggunakan metode sonokimia. "Didapatkan ukuran kristal kurang dari 50 nm. Pada hasil XRD juga terlihat munculnya unsur baru yang diduga merupakan pengaruh dari memvariasikan suhu pada metode sonokimia".

Pengaplikasian Fe₃O₄ berukuran nano merupakan alternatif yang bisa digunakan untuk memenuhi kebutuhan bahan baku dibidang industri. Untuk mengoptimalkan pengolahan pada mineral magnetite alam (Fe₃O₄), maka penulis akan melakukan penelitian tentang pengaruh waktu milling dari mineral magnetite (Fe₃O₄) agar dapat meningkatkan nilai jual dan kualitasnya. Upaya yang dilakukan untuk meningkatkan kualitasnya adalah dengan cara memberikan perlakuan seperti memvariasikan waktu *milling* pada mineral magnetit yang berasal dari Gunung Talang. Pada penelitian yang dilakukan [11] dan [4] menggunakan metode *milling* dengan memvariasikan waktu didapatkan kemurnian sampel magnetite tinggi serta ukuran partikel menurun seiring dengan waktu penggilingan.

Pada penelitian ini penulis ingin menyelidiki struktur magnetit yang terdapat di Gunung Talang Kabupaten Solok Sumatera Barat. Dengan demikian penulis hanya memfokuskan kajian

penelitian ini mengenai Pengaruh Waktu Milling Terhadap Struktur Kristal Magnetite (Fe₃O₄) berbahan dasar Mineral Vulkanik dari Gunung Talang Sumatera Barat.

METODE PENELITIAN

Sampel yang digunakan yaitu mineral vulkanik dari Gunung Talang yang terletak di Sumatera Barat, kemudian digerus sampai halus dan ditarik menggunakan magnet permanen sebanyak 30 kali, ini dilakukan untuk memisahkan antara pasir yang mengandung besi dengan bahan-bahan campuran lainnya yang tidak mengandung unsur besi. selanjutnya dicuci menggunakan aquabides. Setelah dicuci, pasir besi dikeringkan terlebih dahulu dan ditarik kembali menggunakan magnet permanen sebanyak 20 kali.

Sampel yang telah dimurnikan, kemudian ditimbang menggunakan timbangan digital dengan perbandingan antara sampel dan bola- bola milling sebanyak 1 : 10 (6 gram pasir besi dan bola *milling* sebanyak 60 gram). Selanjutnya sampel tersebut *dimilling* menggunakan alat HEM-E3D dengan variasi waktu 25 jam, 30 jam, 35 jam, 40 jam dan 45 jam Dengan menset waktu *time OFF* dan *time ON* dengan lama waktu *off* atau waktu istirahat selama 1 menit serta waktu hidup atau waktu jalan selama 30 detik. Sampel yang sudah *dimilling* selanjutnya dicuci menggunakan aquabides untuk membersihkan atau menghilangkan unsur pengotor kemudian dikeringkan. selanjutnya sampel kering disaring. Setelah itu ditarik kembali menggunakan magnet permanen. Selanjutnya sampel dikarakterisasi menggunakan XRD.

Sebelum sampel dikarakterisasi menggunakan XRD terlebih dahulu pasir besi dikarakterisasi menggunakan XRF untuk mengetahui unsur- unsur yang terkandung pada pasir besi. Setelah dilakukan karakterisasi menggunakan XRF barulah sampel mulai di *milling*. Setelah *dimilling* sampel kembali dikarakterisasi menggunakan XRF dan dilanjutkan menggunakan XRD.

Berdasarkan data karakterisasi menggunakan XRD dilanjutkan menganalisa struktur Kristal dan ukuran Kristal dari partikel magnetite. Langkah-langkah yang ditempuh dalam analisis data adalah sebagai berikut : (1) Berdasarkan harga sudut 2θ dan I yang diperoleh dalam karakterisasi menggunakan XRD dianalisis struktur Kristal dari magnetit. (2) Berdasarkan nilai FWHM untuk setiap puncak pada grafik yang diperoleh dalam karakterisasi menggunakan XRD, maka dapat dihitung ukuran Kristal magnetit menggunakan persamaan Scherrer.

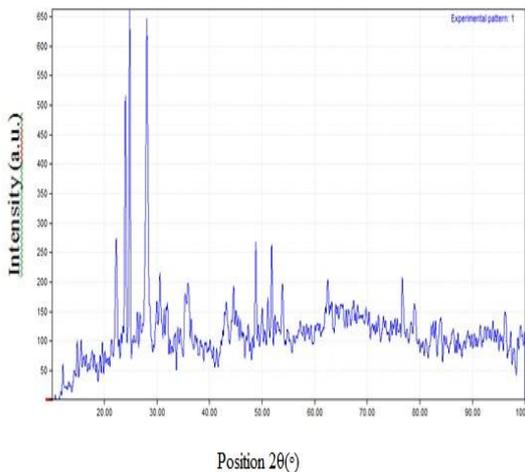
$$D = K \frac{\lambda}{B \cos \theta}$$

Dimana D adalah ukuran Kristal (Å), K adalah konstanta dengan nilai 0,9, λ adalah panjang

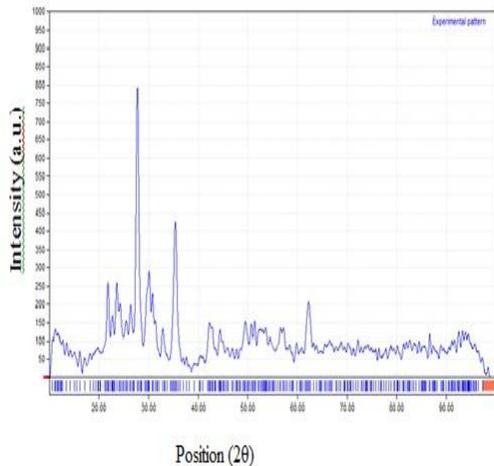
gelombang sinar-X (\AA) nilainya 1,541874 \AA untuk Cu. B adalah lebar setengah puncak maksimum FWHM (rad), dan θ adalah sudut bragg($^\circ$).

HASIL DAN PEMBAHASAN

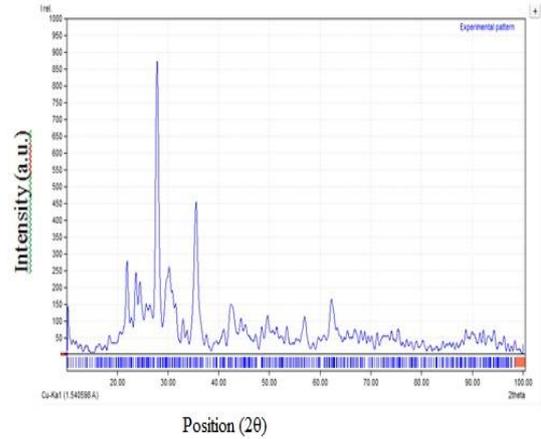
Pada penelitian ini telah dilakukan *milling* sampel *magnetit* menggunakan HEM-E 3D dengan variasi waktu *milling* yaitu 25 jam, 30 jam, 35 jam, 40 jam, dan 45 jam. Kemudian struktur dan ukuran kristal magnetit diidentifikasi menggunakan XRD. Pengujian dengan XRD bertujuan untuk mendapatkan struktur serta ukuran kristal dari masing-masing sampel. Pengujian XRD merupakan pengujian difraksi serbuk dengan menguji sampel serbuk hasil *milling*. Data yang didapatkan adalah struktur kristal yang meliputi parameter kisi (α , β , γ , a, b, dan c), grup ruang, sistem kristal untuk variasi waktu *milling* 25 jam, 30 jam, 35 jam, 40 jam, dan 45 jam. Hasil dari penelitian dapat diperlihatkan pada masing- masing Gambar



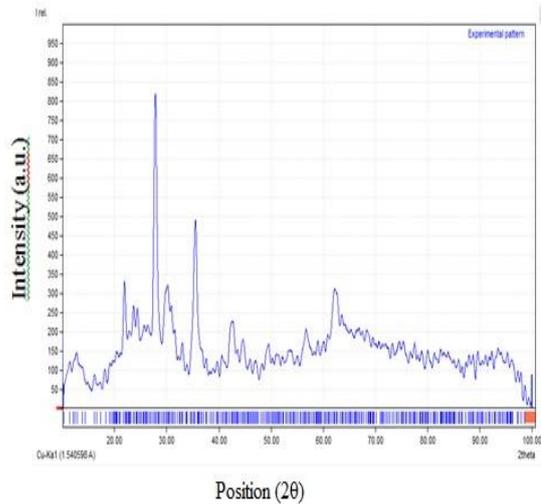
Gambar 36. Pola Difraksi Sinar-X Sampel *Magnetit* Sebelum *Milling*



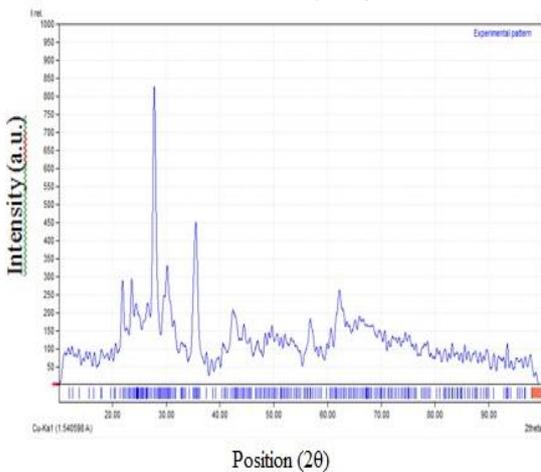
Gambar 37. Pola Difraksi Sinar-X Sampel *Magnetit* Setelah di *Milling* 25 jam



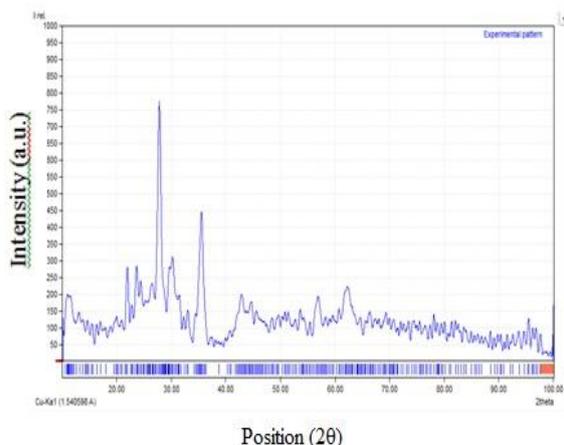
Gambar 38. Pola Difraksi Sinar-X Sampel *Magnetit* Setelah di *Milling* 30 jam



Gambar 39. Pola Difraksi Sinar-X Sampel *Magnetit* Setelah di *Milling* 35 jam



Gambar 40. Pola Difraksi Sinar-X Sampel *Magnetit* Setelah di *Milling* 40 jam



Gambar 41. Pola Difraksi Sinar-X Sampel Magnetit Setelah di Milling 40 jam

Pengaruh waktu milling terhadap perubahan Struktur Kristal Sampel adalah Data hasil pengukuran XRD yang telah dicocokkan dengan database diperoleh struktur kristal yang meliputi parameter kisi (α , β , γ , a, b, dan c), grup ruang, sistem kristal yang terdapat pada masing-masing sampel mineral vulkanik gunung merapi tersebut. Setelah dilakukan pencocokan data dengan database pada Lampiran 2, maka didapatkan struktur kristal dari setiap sampel secara langsung. Waktu milling yang digunakan dapat mempengaruhi struktur kristal dari sampel.

Pada saat sampel sebelum dilakukan proses milling, sampel memiliki 3 fasa yaitu magnetite dengan struktur kristal cubic, maghemite dengan struktur kristal tetragonal, dan hematite dengan struktur kristal rhombohedral. Setelah sampel di-milling selama 25 jam, sampel memiliki fasa yaitu magnetite. Dimana struktur kristal magnetite pada waktu milling 25 jam, 30 jam, 35 jam, 40 jam, dan 45 jam menjadi cubic.

Data hasil pengukuran XRD yang telah dicocokkan dengan database diperoleh struktur kristal yang meliputi parameter kisi (α , β , γ , a, b, dan c), grup ruang, sistem kristal yang terdapat pada masing-masing sampel. Setelah dilakukan pencocokan dengan database pada Lampiran 2, maka dapat diperoleh struktur dari setiap sampel magnetit secara langsung.

Waktu milling mempengaruhi struktur kristal magnetit, hal ini disebabkan karena dalam prosesnya semakin cepat perputaran ball mill maka energi yang dihasilkan semakin besar dan menghasilkan temperatur yang semakin tinggi. Temperatur yang tinggi menguntungkan pada 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.

Dari hasil pengukuran menggunakan XRD didapatkan hasil dari ukuran kristalin. Untuk waktu milling selama 25 jam ukuran kristalin menurun. Hal ini disebabkan pada saat terjadinya proses milling mengalami gaya tumbukan dengan bola-bola baja yang memiliki energi yang kuat sehingga serbuk magnetit tergerus dan menjadi berukuran kecil. Namun, pada waktu milling selama 30 jam ukuran kristalin dari magnetit menjadi meningkat, hal ini terjadi karena sampel mengalami agglomeration (penggumpalan) yang disebabkan karena peningkatan ukuran kristal pada saat proses milling dilakukan. Pemberian waktu milling yang lama akan akan menyebabkan temperatur vial meningkat karena kecepatan perputaran ball mill yang terjadi terus menerus maka energi tumbukan yang dihasilkan semakin besar sehingga temperatur yang dihasilkan juga semakin tinggi. Dengan meningkatnya temperatur di dalam vial maka terjadi peningkatan energi thermal yang menyebabkan pertumbuhan kristal, sehingga inti tumbuh dengan menarik atom-atom lain atau berdifusi dari inti yang belum sempat tumbuh untuk mengisi tempat kosong pada kisi yang akan dibentuk. Dengan demikian, semakin bertambahnya energi termal pertumbuhan kristal berjalan terus hingga terjadi transformasi akhir kristal.

Saat proses milling suatu level energi tertentu, atom-atom dapat saling menjauhi, apabila suatu atom memiliki cukup energi untuk mendobrak ikatannya maka akan terjadi proses difusi. Atom-atom yang berdifusi dapat berpindah dari suatu lokasi kisi fasa α ke kisi fasa β . Perpindahan atom-atom ini dapat terjadi, apabila atom tersebut memiliki energi untuk melewati hambatan potensial.

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

Grafik 2 θ dan intensitas juga terlihat terjadinya penurunan intensitas, selain terjadi penurunan intensitas pelebaran kurva juga terjadi pada setiap waktu milling yang dilakukan. Penurunan

intensitas dikarenakan adanya perubahan ukuran kristal, perubahan ini juga mengakibatkan struktur kristal dari unsur pembentuk berubah.

Dari hasil pengukuran tersebut didapatkan hasil dari ukuran kristal sampel. Untuk waktu milling selama 25 jam, terjadi penurunan dan terjadi peningkatan pada waktu 30 jam. Pada waktu milling 35 jam, dan 40 jam ukuran kristal terjadi penurunan dan meningkat kembali pada waktu 45 jam. Hal ini terjadi karena sampel mengalami *agglomeration* (penggumpalan) yang disebabkan karena peningkatan ukuran kristal pada saat proses *milling* dilakukan. Pemberian waktu *milling* yang lama akan menyebabkan temperatur *vial* meningkat karena kecepatan perputaran *ball mill* yang terjadi terus menerus maka energi tumbukan yang dihasilkan semakin besar sehingga temperatur yang dihasilkan juga semakin tinggi. “Dengan meningkatnya temperatur di dalam *vial* maka terjadi peningkatan energi thermal yang menyebabkan pertumbuhan kristal, sehingga inti tumbuh dengan menarik atom-atom lain atau berdifusi dari inti lain yang belum sempat tumbuh untuk mengisi tempat kosong pada kisi yang akan dibentuk. Dengan demikian, semakin bertambahnya energi thermal pertumbuhan kristal berjalan terus hingga terjadi transformasi akhir kristal “[13].

Pengaruh waktu milling terhadap perubahan ukuran Kristal magnetit dari mineral vulkanik Gunung Talang. Metode Difraksi Sinar-X digunakan untuk menentukan ukuran kristal dengan menggunakan Persamaan Scherrer (Persamaan 2). Ukuran kristalin ditentukan berdasarkan pelebaran puncak Difraksi Sinar-X yang muncul. Metode ini menjelaskan satu partikel mengandung sejumlah kristalinitas yang kecil- kecil maka salah satu data yang didapat dari metode Difraksi Sinar- X adalah ukuran kristalin.

Hasil karakterisasi sampel menggunakan *X-Ray Diffraction* didapatkan hubungan 2θ dengan intensitas. Setiap variasi waktu milling terlihat ada puncak-puncak yang muncul dan menghilang dikarenakan atom- atom pada fasa lain tidak ada sehingga tidak ada hamburan atom oleh struktur tertentu. Intensitas yang terukur pada XRD merupakan hasil dari intensitas hamburan oleh struktur atom tertentu. “Besarnya intensitas relative dari deretan puncak-puncak tersebut bergantung pada jumlah atom atau ion yang ada, dan distribusinya di dalam sel satuan pada material tersebut “[16]. Penurunan intensitas dikarenakan adanya perubahan ukuran kristal, perubahan ini juga mengakibatkan struktur kristal dari unsur pembentuk berubah.

Ukuran kristal nanopartikel magnetit yang penulis dapatkan paling kecil yaitu 49,86 nm dengan waktu milling 40 jam. Hal ini sesuai dengan tujuan *mechanical milling* yaitu memperkecil ukuran partikel yang ditandai dengan reduksi ukuran kristal.

KESIMPULAN

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan dapat ditarik beberapa kesimpulan sebagai berikut: Pengaruh waktu milling terhadap perubahan struktur kristal *magnetit* terlihat pada waktu milling 25 jam, 30 jam, 35 jam, 40 jam, dan 45 jam terjadi sedikit perubahan struktur kristal magnetit. Struktur magnetit yang terbentuk yaitu kubik dengan parameter kisi $a=b=c$ sekitar 8,3761 Å; 8,3873 Å; 8,4045 Å; 8,3750 Å; 8,3761 Å dan grup ruang Fd-3m. Pengaruh waktu milling terhadap perubahan ukuran kristal *magnetit* mengecil pada waktu milling 25 jam sebesar 71,10 nm selanjutnya meningkat pada waktu 30 jam sebesar 78,63 nm. Pada waktu 35 jam, dan 40 jam *magnetit* mengecil dengan ukuran kristal 55,42 nm dan 49,86 nm selanjutnya meningkat pada waktu 45 jam yaitu 66,25 nm.

UCAPAN TERIMA KASIH

Penulis mengucapkan terimakasih kepada Kemristekdikti yang telah mendanai penelitian ini melalui Proyek Penelitian Unggulan Perguruan Tinggi Tahun Anggaran 2017 dengan judul ‘Pengembangan Nanopartikel Oksida Besi untuk Aplikasi Elektroda Baterai Lithium-Ion’ analisis laboratorium jurusan fisika Universitas Negeri Padang, analisis laboratorium dan semua pihak yang telah membantu penulis dalam penelitian ini.

DAFTAR PUSTAKA

1. Ansori, dkk. “Distribusi Mineralogi Pasir Besi pada Jalur Pantai Selatan Kabupaten Kutoarjo”. Peneliti Madya. Pusat Geoteknologi-LIPI
2. Abd, Basith; Ahmad, Taufik; Sunarono; Darminto. 2012. “Pengaruh Pemanasan Pada Struktur Kristal dan Sifat Kemagnetan Fe₃O₄ dari Pasir Besi”. ITS:Surabaya
3. Eka, Nuril, Susilowati; Fauziatul, Fajaroh; Surjani, Wonorahardjo. Sintesis Nanopartikel Magnetit (Fe₃O₄) secara Elektrokimia dan Aplikasinya Sebagai Penyerap Pb (II). Jurusan Kimia: Universitas Negeri Malang.
4. De Carvalho, J, F; S, N, De Medeiros; M, A, Morales; A, L, Dantas; A, S, Carrico. 2013. *Synthesis of Magnetite Nanoparticles by High Energy Ball Milling* : Brazil.

5. Fauziatul, Fajaroh; Heru, Setyawan; Sugeng, Winardi; Widyastuti; Wahyu, Raharjo; Endik, Sentosa.2009. Sintesis Nanopartikel Magnetit dengan Metode Elektrokimia Sederhana. Jurnal Nanosains & Nanoteknologi edisi khusus 2009.
6. Fuad. A, dkk. 2010. *Sintesa dan Karakterisasi Sifat Struktur Nano Partikel $Fe_{3-x}Mn_xO_4$ dengan Metode Korespirasi*. Semarang : Universitas Negeri Malang.
7. Istiyono,Edi.2000.Fisika Zat Padat 1. Handout Kuliah. Yogyakarta: Universitas Negeri Yogyakarta.
8. Jonal, La. 2014. *Pengaruh Frekuensi Gelombang Ultrasonik Terhadap Struktur Kristal Dan Sifat Magnet Nano Partikel Magnetit (Fe_3O_4)*. Universitas Islam Negeri Sunan Kalijaga : Yogyakarta.
9. Kaloari,R. M.,dkk.,2014.”Sintesis dan Karakterisasi Nanokatalis α - Fe_2O_3 dengan bahan Penyangga Mesopori SiO_2 .”Prosiding PeremuanIlmiah XXVIII HFI Jateng & DIY, Yogyakarta, 26 April 2014 ISSN: 0853-0823.
10. Kriswati, E ; Y, E, Pamitro; A, Basuki. 2010. “Mekanisme Gempa Vulkanik Gunung Talang Pasca Gempa Tektonik Mentawai tahun 2007-2009, Sumatra Barat”. *Pusat Vulkanologi dan Mitigasi Bencana geologi, Badan Geologi*: Bandung.
11. Mutlu, Musa, Can; Sadan, Ozcan; Abdullah Ceylan; Tezer, Firat. 2010. *Effect of Milling Time on the Synthesis of Magnetite Nanoparticles by Wet Milling* : Turkey.
12. Ratnawulan. 2013. *Karakterisasi Fisika Mineral Ekonomis Sumatera Barat Menggunakan Metode Difraksi Sinar X*. Padang : UNP.
13. Rizky,Kurnia, Helmy dan Rindang, Fajarin.2013.”Pengaruh Waktu Milling dan Temperatur Sintering pada Pembentukan Nanopartikel Fe_2TiO_5 dengan Metode Mechanical Alloying.” Jurnal Teknik Pomits Vol 1,No. 1-5.
14. Sri, Sumarni. 2014. Karakterisasi Struktur Kristal Nanopartikel Magnetit (Fe_3O_4) Berbasis Pasir Besi Alam dengan Penambahan Variasi Polyethylene Glycol (PEG). Jurusan Fisika: Universitas Islam Negeri Sunan Kalijaga: Yogyakarta
15. Sri, susanti. 2014. “Kajian Struktur Kristal Nanopartikel Magnetite (Fe_3O_4) sebagai fungsi temperatur dari hasil Sintesis dengan menggunakan Metode Sonokimia”. Universitas Islam Sunan Kalijaga: Yogyakarta
16. Sulistyio, Joko Suryono; Aji, Wiyoko. 2015. “Peleburan tradisional Pasir Besi Bengawan Solo dan Pasir Besi Merapi untuk Bahan Baku Besi Keris dan Pamor Keris”. Penelitian Hibah Bersaing. Institut Seni Indonesia Surakarta.