

KARAKTERISASI PASIR KUARSA (SiO₂) DENGAN METODE XRD

Yusnidah

Politeknik Adiguna Maritim Indonesia
asayusnidah@gmail.com

Abstrak

Telah dilakukan penelitian untuk pola difraksi dan identifikasi pasir kuarsa (SiO₂) Desa Perupuk Kabupaten Batubara dengan metode difraksi Sinar-X menggunakan Difraktometer sinar-x type PW 1710 BASAD. Dengan riak gelombang alfa 1 (α_1) = 1,5406 Å dan Alfa 2 (α_2) = 1,54060 Å. Dengan menganalisa pola difraksi dan hasil perhitungan *d* (jarak antar bidang) dari sampel, merupakan "sidik jari" bahan tersebut. Harga *d* setiap bahan merupakan grup utama Hanawalt dan selanjutnya dibandingkan kartu JCPDS pada sampel pasir kuarsa (SiO₂) Desa Perupuk. Setelah diidentifikasi komponen utama adalah pasir kuarsa nomor kartu-kartu JCPGS 5-0490 dan Subkomponen tambahan nomor kartu 10-393 yaitu bahan Sodium Aluminium Silicate (Na Al SiO₃O₈). Jadi pasir kuarsa (SiO₂) Desa Perupuk Kabupaten Batubara hampir sama dengan pasir kuarsa (SiO₂) Kabupaten Tapanuli Utara hanya berbeda sub komponen saja.

Kata-Kata Kunci : Kualitas Pelayanan, Kepuasan Pelanggan, Valide, Reliable

I. Pendahuluan

Bahan galian penting sekali artinya dalam penunjang pembangunan yang sedang digiat-giatnya kita laksanakan, di tanah air tercinta ini. Penting bukan hanya diukur dai sudut penggunaannya untuk bahan industry di dalam negeri saja, tetapi sebagai komoditi ekspor non migas yang sedang kita galakkan dewasa ini.

Di Indonesia, khusus bahan Sumatera Utara keadaan industri pertambangan bahan galian alam seperti pasir kuarsa yang belum berkembang pesat, salah satu penyebabnya karena pemakaian bahan belum cukup besar. Endapan pasir kursor banyak tersebar di beberapa tempat di Indonesia dan beberapa tempat di Sumatera Utara yaitu sepanjang pantai Kabupaten Batubara.

Penggunaan pasir kuarsa banyak dipakai dalam industry semen, gelas, pengecoran besi baja, keramik dan lain-lain. Dari gambaran diatas dapatlah diperkirakan bahwa kebutuhan akan pasir kuarsa akan terus meningkat sesuai dengan pertumbuhan industry-industri diatas. Tetapi data informasi yang dibutuhkan demi perkembangan industry tersebut di atas, dirasakan sangat berkurang, karenanya peneliti tertarik untuk melakukan penelitian mengenal bahan-bahan gelas, keramik dan lain-lain, seperti pasir kuarsa. Selanjutnya sampel yang akan diteliti kandungan mineralnya adalah pasir kuarsa (SiO₂) Desa Perupuk, Kecamatan Lima Puluh, Kabupaten Batubara.

Kimia analitik sebagaimana kita ketahui dapat dengan mudah memberikan informasi tentang unsur-unsur pembentuk suatu bahan, tetapi untuk membedakan identitas berbagai fase suatu bahan, yaitu bahan dalam wujud yang sebenarnya. Misalnya (SiO₂) (Kuarsa) dan SiO₂ (Kristalinit) yang terdapat dalam campuran akan dapat suatu kesulitan. Tetapi dengan metode difraksi Sinar-X hal tersebut. dengan mudah dapat dibedakan. Keuntungan menggunakan metode difraksi Sinar-X hal tersebut dengan mudah

dapat dibedakan. Keuntungan difraksi Sinar-X, selain sederhana dan kandungan mineral bahan dengan cepat dapat diidentifikasi. Difraksi yang digunakan pada penelitian ini adalah model difraktometer type pw 1718 based di Laboratorium FMIFA-USU. Pada penelitian ini menggunakan metode serbuk, agar sampel banyak Kristal yang sangat kecil dan orientasi sampel tidak perlu diatur lagi karena semua orientasi bidang tetap ada di dalam sampel. Dari difraksi ini dapat cacah (count) terhadap sudut 2 θ . Harga puncak pada grafik adalah merupakan pola difraksi yang dihasilkan suatu bahan, akan mematuhi hukum Bragg. Dan dari harga *d* (jarak antar bidang), merupakan sifat khas bahan tersebut. Untuk identifikasi kualitatif bahan digunakan menggunakan kartu Hanawalt.

Hasil pola data difraksi pasir kuarsa (SiO₂) di Desa Perupuk Kecamatan Lima Puluh Kabupaten Batubara dibandingkan dengan pola difraksi kuarsa (SiO₂) yang terdapat di Kabupaten Tapanuli Utara.

II. Tinjauan Pustaka

2.1 Kuarsa (SiO₂)

Kuarsa adalah mineral utama dari silika dan salah satu mineral pembentuk Kristal optik. Struktur atomik dari kuarsa adalah tetrahedron yang satu atom silikon dikelilingi empat atom oksigen. Contoh penting adalah forstat (Mg₂ SiO₂) dalam Mg SiO₄ ion SiO₄ diperoleh empat electron dari atom magnesium memberikan satu electron ke satuan dari SiO₄.

Pada temperature kamar, satuan tetrahedral dari silika tersusun dalam suatu susunan heksagonal, tetapi pada 875 °C kestabilan susunan tetrahedral silika berubah. Fasa temperature rendah dari silika disebut kuarsa, mineral temperature tinggi disebut kristobalit. Perubahan dari kuarsa ke trydynit memerlukan perubahan besar dalam susunan kristalnya. Kristobalit mengalami suatu perubahan struktur yang lebih baik tetapi bukan pemntahan, trydynit mengalami dua perubahan pada jangkauan

meta stabilnya : Pertama pada temperature 117 °C dari yanglainnya. Pada temperature 163 °C inversi yang cepat ini mempengaruhi silica sebagai bahan reflelatory (bahan tahap api) dengan dibawah kondisi perubahan temperature yang cepat.

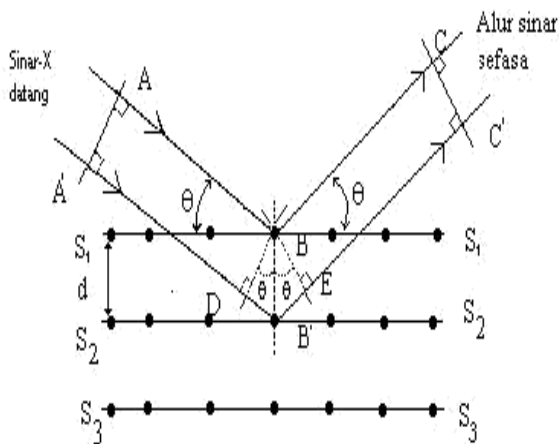
Kuarsa (SiO₂) banyak dipakai sebagai bahan industry seperti keramik, sebagai bahan anorganik yang bukan logam. Bahan dasar keramik berasal dari tambang (alam) yaitu : SiO₂ Al₂ O₃ CaO₂, MgO, K₂O, Na₂O dan lain-lain. Bahan keramik ini banyak dipakai sebagai bidang industry elektronik, bahan bangunan bahkan telah digunakan teknologi nuklir dan ruang angkasa.

2.2. Teknnik Pengukuran Sampel

Untuk melihat struktur sampel etode digunakan yaitu metode difraksi Sinar-X (XRD). Difraksi sinar-X dapat menentukan struktur dan pengenalan bahan-bahan berhablur, seperti kedudukan atom-atom dalam struktur atom hablur dan orientasi bidang.

2.3. Metode Difraksi Sinar-X (XRD)

Sinar-X dipantulkan, dibiaskan dan diteruskan apabila melalui suatu bahan. Andaikan garis-garis S₁ S₁, S₂ S₂ dan S₃ S₃ seperti gambar 2.2 mewakili bidang-bidang atom yang sejajardengan permukaan hablur dan dipisah satu sama lain pada jarak, *d*. Andaikan garis-garis AB dan A¹ B¹ mewakili lintasan alursinar-X pada panjang gelombang yang menuju ke bidang-bidang hablur pada sudut θ terhadap bidang dan masing-masing dipantulkan dalam arah BC dan B¹ C¹. Supaya gelombang dari B dapat menguatkan gelombang yag dipantulkan dari B di CC¹, kedua-dua gelombang mestilah sefasa. Dengan kata lain, beda lintasan anatar gelombang A¹B¹C¹ terhadap gelombang ABC mestilah merupakan kelipatan bulat panjang gelombang sinar-X itu yaitu :



Gambar 1. Pantulan sinar-X oleh bidang atom S₁

S₁ dan S₂ S₂ terpisah pada jarak *d*
 $(A^1 B^1 + B^1 C^1) - (AB + BC) = n\lambda$

Oleh sebab DB¹ = B¹E = *d* sin θ , maka syarat di atas dipenuhi apabila :

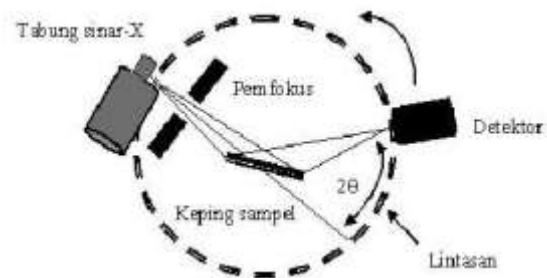
$$2 d \sin \theta = n \lambda$$

Persamaan di atas dinamakan sebagai syarat Bragg dan sudut dikenal sebagai sudut Bragg untuk peninaran sinar-X oleh bidang-bidangatom hablur yang dipisahkan pada jarak *d*, dan *n* = 1, 2, 3,..

Tiga metode untuk memastikan bahwa kedudukan bidang tertentu daripada hablur yang dikaji memenuhi syarat-syarat Bragg supaya pengukuran peninaran. Ketiga metode ini adalah :

- a). Metode difraksi Luae
- b). Metode hablur bergerak
- c). Metode difraktometri serbuk

Metode difraktometri serbuk ialah untuk mencatat difraksi sampel polihablur. Pada penelitian ini yang digunakan alat difraktometer, seperti Gambar 2. Sampel seperti serbuk dengan permukaan rata dan mempunyai ketebalan yang cukup unuk menyerap alur sinar-X yang menuju keatasnya. Puncak-puncak difraksi yang dihasil dituliskan dengan menggunakan alat pencacah. Umumnya menggunakan pencacah Geiger dan Sintilasi. Alat monitor dapat diputar mengelilingi sampel dan diatur pada sudut 2 θ terhadap alur datang. Alat monitor dijjajarkan supaya sumbunya senantiasa melalui dan bersudut tepat dengan sumbu putaran sampel. Intensitas sinar-X yang difraksi sebagai fungsi sudut 2 θ .



Gambar 2. SkemaDifraktometer Serbuk

Metode difraktometri digunakan juga untuk mengukur ukuran hablur bagi sample polihablur berbentuk sapat. Dari lebar jalur garis-garis difraksi, ukuran hablur, s, film dapat diukur dengan persamaan Scherrer (Cullity, 1956).

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

Dengan *D* adalah sudut garis difraksi I setengah tinggimakimum difraksi, θ , sudut Bragg, *K* konstanta (~1) dan λ panjang gelombang sinar-X yang digunakan.

Untuk difraksi sinar-X sampel disediakan dengan ukr berbentuk serbuk. Peralatan yang digunakan adalah XRD Philips model 1710. Difraksi sinar-X icetakkan pada kertas dengan sumber pancaran radiasi Cu K_{α} dan dengan filter nikel. Analisis XRD berdasarkan difraksi pada orientasi (111). Data difraksi sinar-X daripada sampel dibandingkan dengan kartu JCPDS (Joint Committee Powder Difrraction Stadard)). Dari nilai difraksi sinar-X yang menghasilkan intensitas dan sudut difraksi, dianalisis untuk menentukan sampel merupakan hablur senyawa pasir kuarsa. Pada metode difraksi, hukum Bragg haruslah dipenuhi, karena itu perlu diatur orientasi kristal terhadap berkas datang. Metode difraksi sinar-X dapat digolongkan sebagai berikut:

- Pola difraksi serbuk merupakan ciri suatu bahan
- Setiap bahan dalam suatu campuran akan menghasilkan polanya, bergantung sama lainnya. yang tidak
- Metode ini dapat dikembangkan untuk menganalisis kuantitatif.

Analisis kuantitatif dengan metode sinar-x, pada prinsipnya adalah bahwa pola difraksi suatu bahan merupakan sidik jari “ bahan tersebut. Setiap pola serbuk. Dicirikan dengan sekumpulan posisi sudut difraksi (2θ) dan sekumpulan intensitas relatif (I/I_1).

1) Metode kristal tunggal

Metode ini sering digunakan untuk menentukan struktur kristal, dalam ini dipakai berbentuk kristal tunggal

2). Metode serbuk (powder Method)

Bahan sampel pada metode ini dibuat berbentuk serbuk sehingga terdiri banyak kristal yang sangat kecil dan orientasi sampai tidak perlu diatur lagi kerana semua orientasi bidang telah ada dalam sampel dengan demikian hukum Bragg dapat dipenuhi. Metode lebih cepat dan lebih sederhana dibandingkan dengan metode kristal tunggal.

Metode serbuk ini dapat digunakan untuk menganalisa bahan apa yang terkandung di dalam suatu sampel juga dapat ditentukan secara kwantitatif. Pada penelitian ini dipergunakan metode serbuk

Pada tahun 1936 Hanawalt dan kawan-kawan telah merintis pengumpulan pola difraksi berbagai bahan rujukan, dan membuat suatu metode sebagai prosedur untuk dapatkan dengan cepat pola suatu bahan yang dicari. Dari hukum Bragg kita ketahui bahwa posisi sudut difraksi tergantung pada riak gelombang sinar-x yang digunakan, sehingga jarak antara bidang atom (d) merupakan suatu besaran yang penting. Karenanya hanawalt menyatakan setiap pola suatu bahan terdiri dari besaran d dan I/I_1 , dimana data setiap pola berdasarkan pada tiga garis refleksi terkuat. Pada mulanya metode Hanawalt dirancang untuk teknik fotografis, tetapi sekarang telah diarahkan ke teknik difraktometris. Metode ini kemudian dikembangkan oleh “American Sociaty for Testing Material” (ASTM) dan beberapa perkumpulan lain di Amerika. Kemudian terdiri dari suatu komite “Joint Cominitee On Powder diffracton Standards” (JCPDS). Sebagai suatu organisasi internasional yang tugas mengumpulkan, menerbitkan dan mendistribusikan data difraksi serbuk dalam berbagai bentuk, diantara berbentuk kartu, buka atau pita magnetik.

Suatu lembaga di Amerika Serikat yaitu “National Burean Standards” (NBS) secara kontinu meninjau dan memperbaiki data yang salah, juga membuat pola standard yang baru. Pada Gambar 3 ditunjukkan model bentuk kartu Hanawalt beserta keterangan data bahan yang disimpan.

2.4. Analisa Kuatatif Dengan Metode Hanawalt

Pola difraksi dari suatu bahan bahan kristal adalah khas dan unik sehingga tak ada dua fase kristal yang mempunyai pola difraksi yang tepat sama. Sifat inilah dimanfaatkan untuk kegunaan analisis kualitatif. Pada tahun 1919, Hull mencanangkan, keuntungan dan kesederhanaan metode difraksi serbuk sebagai analisis kimia, antara lain

d			2			8						
I/I ₁			3									
			4			dA°	I/I ₁	hkl	dA°	I/I ₁	hkl	
			5									
			6									
			7						9			

Gambar 3. Model Kartu Data Hanawalt

Dari Gambar 3 kolom-kolom yang terdapat pada kartu Hanawalt tersebut berisikan data seperti yang ditunjukkan berikut ini.

Kolom 1: Merupakan nomor kode kartu

Kolom 2: Merupakan ketiga harga d yang memiliki intensitas relatif paling kuat dan cukup kuat

Kolom 3: Merupakan harga intensitas relatif yang dimiliki oleh keempat nilai d di atas.

Kolom 4: Mengenai kondisi percobaan seperti radiasi yang digunakan, filter yang dipakai dan lain-lainnya

Kolom 5: Mengenai data kristalografi seperti jenis sistem kristal, struktur kristal serta harga parameter meternya.

Kolom 6: Berisi data fisik bahan

Kolom 7: Berisi analisis kimia

Kolom 8: Berisi rumus kimia, nama kimia dan nama sebutan

Kolom 9: Merupakan daftar harga dan intensitas relatifnya dan indeks Miller

Pada sudut atas data kartu data, dituliskan simbol yang mengandung arti:

* = untuk data yang mempunyai nilai kepercahayaan yang besar

o= Untuk data yang kurang dapat dipercaya.

III. Tujuan Dan Manfaat Penelitian

3.1. Tujuan Penelitian

Penelitian ini bertujuan untuk:

1. Untuk mengidentifikasi bahan yang terkandung dalam kristal pasir kuarsa (SiO_2) Desa Perupuk, Kecamatan Lima Puluh, Kabupaten Batubara
2. Membandingkan hasil data pasir kuarsa (SiO_2) di Desa Perupuk, Kecamatan Lima Puluh, Kabupaten Batubara dengan kuarsa (SiO_2) yang terdapat di Kabupaten Tapanuli Utara

3.2. Manfaat Penelitian

1. Dengan indentikasi bahan pasir kuarsa (SiO_2) untuk bahan baku industri gelas dan karamik
2. Untuk mendata lokasi bahan baku dan bermanfaat perkembangan pembangunan untuk industri kerajinan keramik dan gelas di Sumatera Utara yang masa akan datang.

IV. Metode Penelitian

4.1. Peralatan Difraksi Sinar-X

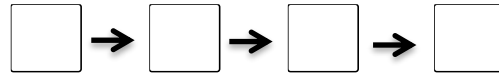
Adapun peralatan dan bahan yang digunakan untuk penelitian ini.

Difraktometer merupakan suatu peralatan yang digunakan untuk mempelajari struktur bahan. Identifikasi mineral yang terkandung dalam suatu bahan dan lain-lainnya dengan mengamati pola difraksi yang dihasilkan oleh bahan tersebut. Dalam

penelitian ini digunakan difraktometer sinar-x, Type PW 1710 BASED Difraktometer yang dilengkapi tabung dengan logam sasaran Cu dan filter Ni, mempunyai panjang gelombang alfa 1

(a)-1,5406 °A dan alfa 2 (az) = 1,5460°A

Susunan peralatan secara prinsip di atas ditunjukkan pada Gambar 4.



Gambar 4. Susunan dasar peralatan

4.2. Bahan Dan Cara Pengambilan Data

1. Sampel kuarsa (SiO_2) yang berbentuk kristal (pasir) terdapat di Desa Perupuk Kabupaten Asahan, diambil beberapa tumpukan sampel, kemudian pasir kuarsa ditumbuk sampai halus dengan lumpang porselin. Serbuk sampel ditempatkan pada alat difraktometer sinar-x. Dari hasil keluran pola difraksi dan hasil perhitungan d dari sampel merupakan "sidik jari" dari bahan tersebut. Setiap pola serbuk dicirikan dengan sekumpulan posisi sudut difraksi (2θ). dan intensitas relatif (I/I_1), selama 50 menit setiap satu sampel, dengan tegangan 30 KV.
2. Dari data keluaran harga jarak antar bidang (d) setiap bahan merupakan grup utama Hanawalt. Langkah berikutnya dibandingkan dengan Utama Hanawalt pada kartu JCPDS, sehingga memenuhi senyawa atau bahan apa yang diperkirakan sesuai dengan bahan tadi.

V. Hasil Dan Pembahasan

Hasil keluaran pola difraksi sinar-x dan hasil perhitungan d dari sampel merupakan "sidik jari" bahan tersebut. Lihat tabel identifikasikode quap-1 diambil sampel pada kedalaman 0,5m-1m di mana d dan sudut 2θ , merupakan puncak difraksinya.

- $d_1 = 3,3404 \text{ }^\circ\text{A}$
- $2\theta = 26,665^\circ$
- $d_2 = 4,2439 \text{ }^\circ\text{A}$
- $2\theta = 20,915^\circ$
- $d_3 = 1,8119 \text{ }^\circ\text{A}$
- $2\theta = 50,135^\circ$

Tabel kode quar-2, pada kedalaman 2m - 2,5 m. dimana harga d dan sudut 2θ , merupakan puncak difraksi.

- $d_1 = 3,3435 \text{ }^\circ\text{A}$
- $2\theta = 26,64^\circ$

- $d_2 = 4,252 \text{ \AA}$
- $2\theta = 20,875^\circ$
- $d_3 = 1,818 \text{ \AA}$
- $2\theta = 50,135^\circ$

Dari kedua data di atas dibandingkan pada kartu data Hanawalt diterbitkan oleh JCPDS (Joint Commtes On Power Diffraction). Pada nomor kartu standart 5-0490 lihat tabel 5-4 kartu data Hanawalt, data paling sesuai adalah bahan kuarsa (SiO_2). Disamping bahan kuarsa komponen utamanya terdapat juga sub komponen bahan lain.

Tabel 1.

- $d_1 = 3,18^\circ\text{A}$	$2\theta = 28,045^\circ$
- $d_2 = 3,764^\circ\text{A}$	$2\theta = 23,655^\circ$
- $d_3 = 3,221^\circ\text{A}$	$2\theta = 27,665^\circ$

Tabel 2.

- $d_1 = 3,18 \text{ \AA}$	$2\theta = 28,605^\circ$
- $d_2 = 3,762^\circ\text{A}$	$2\theta = 23,63^\circ$
- $d_3 = 3,224^\circ\text{A}$	$2\theta = 27,66^\circ$

Dari kedua data tersebut dibandingkan dengan dengan kartu Hanawalt, pada nomor kartu standard 10-393, yang paling sesuai adalah bahan sodium Alumium Silicate ($\text{NaAlSi}_2\text{O}_8$)

Data kuarsa (SiO_2) Tapanuli Utara harga d dapat dilihat pada Tabel 3

Tabel 3.

- $d_1 = 3,3548^\circ\text{A}$	$2\theta = 26,615^\circ$
- $d_2 = 4,2685^\circ\text{A}$	$2\theta = 20,645^\circ$
- $d_3 = 1,8248^\circ\text{A}$	$2\theta = 50,078^\circ$

Data tersebut dilihat pada kartu hanawalt nomor 5-0490.

VI. Kesimpulan Dan Saran

Dari hasil yang diperoleh dari percobaan dan pembahasan dapat disimpulkan.

6.1 Kesimpulan

1. Pola difraksi pasir kuarsa (SiO_2) Desa Perupuk, Kecamatan Lima Puluh, Kabupaten Batubara, setelah diidentifikasi, komponen utamanya adalah kuarsa (SiO_2) dan subkomponen yang lain yaitu sodium Alumunium Silicate ($\text{NaAlSi}_3\text{O}_8$)
2. Pola difraksi kuarsa (SiO_2) Kabupaten Tapanuli Utara, dimana komponen utama kuarsa (SiO_2) sama dengan pasir kuarsa Desa Perupuk Kabupaten Batubara, hanya beda pada subkomponen saja.

6.2 Saran

Untuk mendapatkan unsur kimia yang kandung di kuarsa (SiO_2) Desa Perupuk Kabupaten Batubara, diteliti dengan menggunakan alat scanning X-Ray SEM. Model ASM SX

Daftar Pustaka

- [1]. Antonius, dkk., 2013, *Efektifitas Pasir Kuarsa Sebagai Agregat Halus Pada Sifat Mekanik Beton*, Seminar Nasional, Universitas Islam Sultan Agung.
- [2]. Athur, Beiser, 1982, *Konsep Fisika Modern*. Penerbit Erlangga, Jakarta.
- [3]. Cullity, BD., 1959, *Element of X-Ray Diffraction*. Addison Wesley Publishing Company Inc.
- [4]. Fairus, dkk., 2009, *Eksplorasi Pasir Kuarsa Di Tanjung Batu Itam, Pulau Belitung*, Universitas Diponegoro, Semarang.
- [5]. Hilal, 1987, *Analisa Kualitatif Pasir Serta Kaolin Dengan Metode Difraksi Sinar-X*, Bahan seminar Fisika.
- [6]. Raintorang, 1994, *Pengaruh Temperatur Pembakaran Terhadap Mekanik Bahan Keramik Yang Diperkuat Dengan Limbah Ektrusi Aluminium*, Bahan Seminar Fisika.
- [7]. Santoso, M. P. B., 2015, *Peranan Pasir Kwarsa Dalam Proses Pembuatan Bata Ringan (Autoclaved Aerated Concrete)*, Ka. Laboratorium PT. Sb Con Pratama Jalan Semarang Demak KM 8,2 Sayung Demak.
- [8]. Tingl.C and Shirley, SC, 1995, *Thin Film I-VI Photovoltaics*, Solod State Electronic.