

IDENTIFIKASI MATERIAL PASIR DESA SAMBERA MARANGKAYU MENGGUNAKAN XRF DAN XRD

Arief Muliawan

*Sekolah Tinggi Teknologi Bontang
Jln. Letjen S.Parman No.6 RT.48 Belimbing Kota Bontang*

Email: ariefstitek@gmail.com

ABSTRACT

Telah dilakukan penelitian tentang karakterisasi pada Pasir Sambera Marangkayu. Penelitian ini bertujuan untuk studi awal material penyusun sumber daya pasir yang bersumber dari alam. Sampel pasir kemudian dibersihkan dari kotoran kemudian dihaluskan dengan menggunakan ball milling. Setelah halus kemudian sampel dikarakterisasi menggunakan alat XRF dan XRD. Berdasarkan hasil XRF Pasir Sambera memiliki kandungan senyawa Si sebesar 79.1% -79.5 % dan Al sebesar 14.9% -15.2%. Jika dibandingkan dengan hasil XRD Pasir Sambera jarak bidang difraksi pada intensitas tertinggi (100%) yang dapat dilihat yakni pada sudut $2\theta = 26,7321$ dan $2\theta = 26,7313$ dengan bidang difraksi $3,33\text{\AA}$ mengidentifikasi fase kuarsa. Dengan demikian pasir sambera dapat dimanfaatkan sebagai sumber Silika dan aluminium oksida.

Keywords: Pasir Sambera, material, XRF, XRF

1. PENDAHULUAN

Pasir merupakan material yang mudah dijumpai dalam bentuk butiran yang pada umumnya berukuran antara 0,0625 sampai 2 milimeter. Material pembentuk pasir yakni silikon dioksida tetapi di beberapa pantai tropis dan sub tropis umumnya dibentuk batu kapur. Pasir memiliki warna sesuai dengan asal pembentukannya. Pasir sangat dimanfaatkan dalam bahan bangunan bila di campur dengan semen.

Ketersediaan sumber alam berupa beberapa material pasir di Sambera, Kalimantan Timur seperti silika, dapat diolah lebih lanjut sebagai nanomaterial dengan karakteristik yang khas. Nanomaterial ini dapat dibuat dalam ukuran nano (<100 nm) melalui ball milling. Alat ini dapat mereduksi ukuran partikel dengan menggunakan bola-bola besi yang berputar pada suatu wadah untuk

memberikan beban dinamis agar menjadi serbuk (Xiao, dkk. 2007). Penggunaan peralatan X-ray Diffractometer dan X-ray fluorescence akan menghasilkan karakteristik rinci nanosilika tersebut, menyangkut struktur dan unsur material. Penelitian pengujian menggunakan XRD dan XRF telah dilakukan oleh penulis dalam menentukan hasil keluaran dari filter (Muliawan. 2015 dan Muliawan 2017)

Pasir merupakan bahan galian yang mengandung senyawa pengotor yang terbawa selama proses pengendapan. Hasil pelapukan batuan kemudian tercuci dan terbawa oleh air atau angin yang terendapkan di danau, sungai dan laut. Dalam penelitian yang dilakukan oleh Totok Wianto dan Ninis Hadi Haryanti menjelaskan bahwa potensi material nano sangat besar dan perlu dikembangkan. Material nano hasil pengukuran yang berpotensi dikembangkan yakni pasir besi, kuarsa, kaolin yang mengandung clay dan

zirkonium. Kadar pasir silika dengan kadar SiO_2 sekitar 94,4%-99% (Wianto dan Haryanti, 2008)

Dalam penelitian lanjutan yang dilakukan oleh Totok Wianto, Nurma Sari Darminto dan Suminar Pratapa dijelaskan bahwa pada daerah kalimantan terutama daerah banjarbaru ketersediaan silika sangat melimpah. Untuk mengolah pasir lebih lanjut sebagai nanomaterial dengan karakteristik yang khas perlu dibuat dalam ukuran nano (<100 nm) melalui sintesis metode gaya berat kemudian melalui proses penggilingan menggunakan planetary ball milling. Penggunaan peralatan *X-ray diffractometer* (XRD) dan Scanning electron microscope (SEM) serta *transmission electron microscope* (TEM) akan menghasilkan karakteristik rinci nano silika tersebut, menyangkut struktur, bentuk dan ukuran partikel serta agregasi yang mungkin terjadi (Wianto, dkk. 2010)

Analisis menggunakan XRF dilakukan berdasarkan identifikasi dan pencacahan karakteristik sinar-X yang terjadi dari peristiwa efek fotolistrik. Efek fotolistrik terjadi karena elektron dalam atom target (sampel) terkena berkas berenergi tinggi (radiasi gamma, sinar-X) dari pada energi ikat elektron dalam orbit K, L, atau M atom target, maka elektron atom target akan keluar dari orbitnya. Dengan demikian atom target akan mengalami kekosongan elektron, dapat diisi oleh elektron dari orbital yang lebih luar diikuti pelepasan energi yang berupa sinar-X. Skematik proses identifikasi dengan XRF dapat dilihat pada Gambar 1 (Fansuri 2010)



Gambar 1. Prinsip X-Ray Fluorescence

Sinar-X yang dihasilkan merupakan gabungan spektrum sinambung dan spektrum berenergi tertentu (discrete) yang berasal dari bahan sasaran yang tertumbuk elektron. Jenis spektrum diskrit yang terjadi tergantung pada perpindahan elektron yang terjadi dalam atom bahan. Spektrum ini dikenal dengan spektrum sinar-X karakteristik. Spektrometri XRF memanfaatkan sinar-X yang dipancarkan oleh bahan yang selanjutnya ditangkap detektor untuk dianalisis kandungan unsur dalam bahan. Bahan yang dianalisis dapat berupa padat massif, pelet, maupun serbuk. Analisis unsur dilakukan secara kualitatif maupun kuantitatif. Analisis kualitatif menganalisis jenis unsur yang terkandung dalam bahan dan analisis kuantitatif dilakukan untuk menentukan konsentrasi unsur dalam bahan. Sinar-X yang dihasilkan dari peristiwa seperti peristiwa tersebut di atas ditangkap oleh detektor semi konduktor silikon litium (SiLi) (Fansuri. 2010)

Dalam penelitian ini akan dilakukan studi awal tentang unsur yang terkandung di dalam Pasir Sambera Marangkayu. Daerah ini memiliki potensi sumber daya pasir yang sangat melimpah yang dipergunakan warga sekitar terutama kota Bontang sebagai bahan bangunan. Untuk itu dilakukan pula pemurnian dengan metode kompresitasi. Kelebihan metode ini yaitu dapat menghasilkan partikel yang berukuran butir sangat kecil dan pemakaian energi yang cukup rendah dan biaya murah (Munazir, dkk. 2013). Selanjutnya pasir yang telah dimurnikan diidentifikasi dengan menggunakan X-ray Fluorescence (XRF).

2. METODE

Dalam penelitian ini diambil sampel dari bahan alam berupa pasir putih yang berasal dari Desa Sambera Kecamatan Marangkayu yang berjarak 25 Km dari kampus STITEK Bontang. Material yang diperoleh selanjutnya direparasi di Laboratorium Teknik listrik Sekolah

Tinggi Teknologi Bontang. Dari bahan ini kemudian dilakukan proses pemilihan dan penghalusan sehingga menjadi serbuk. Sampel yang telah disiapkan dari bahan alam kemudian dipilih dan diambil sebagian kecil diproses ke bentuk serbuk selanjutnya diayak (62 mesh-250 mikron), kemudian siap untuk dilakukan uji XRD dan XRF untuk tahap pertama.

Pada Proses kedua pasir kuarsa dihaluskan dengan mortar dan selanjutnya diayak hingga 200 mesh. Kemudian diletakan pada gelas beker yang berukuran 300 ml dengan direndam dalam 2 M larutan HCl selama 12 jam. Setelah selama 12 jam, sampel pasir dicuci dengan aquades hingga bersih kemudian dikeringkan. Selanjutnya sampel ditimbang sebanyak 4 gram untuk direaksikan dengan NaOH 7 M sebanyak 60 ml sambil diaduk dan dipanaskan pada suhu 80°C selama 3 jam hingga terbentuk larutan sodium silika. Sampel kemudian disaring dan larutan yang lolos saring diaduk dan dipanaskan pada suhu 80°C sambil ditirasi dengan larutan HCl 2 M hingga pH larutan mendekati netral (pH 7). Selanjutnya sampel dicuci sebanyak lima kali dengan aquades untuk menghilangkan NaCl. Kemudian sampel dikeringkan dengan dengan furnace pada suhu 100°C hingga kadar air hilang. Gel silika yang telah kering digerus dengan menggunakan mortar untuk mendapatkan serbuk silika. Serbuk silica dikalsinasi pada suhu 900°C selama 4 jam untuk memperoleh fasa 24kristal. Bahan yang diperoleh selanjutnya akan dikarakterisasi dan dianalisis dengan menggunakan XRF (Darwis, dkk. 2016). Proses Pengujian dengan XRF dilakukan di Laboratorium Material Maju FMIPA Universitas Negeri Malang.

Hasil uji difraksi sinar-X tersebut kemudian dianalisis kualitatif dengan metode search and match. Analisis kuantitatif XRD tersebut untuk menentukan struktur kristal dan komposisi unsur-unsur oksida yang terkandung dalam material alam tersebut. Untuk mendukung analisis tersebut dilakukan uji XRF.

3. HASIL DAN PEMBAHASAN

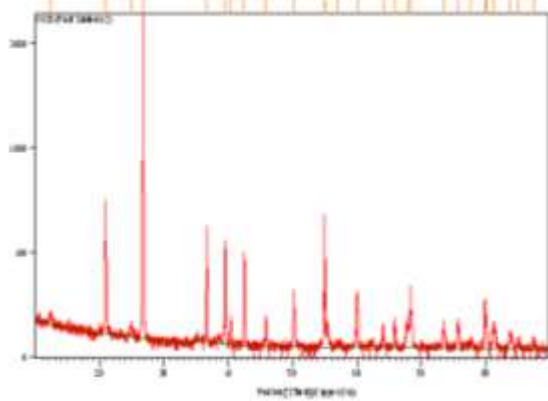
Hasil XRF diperoleh bahwa presentase senyawa SiO₂ lebih tinggi dibanding senyawa yang lain. Hasil pengujian XRF pada sampel Pasir Desa Sambera ditunjukkan pada tabel 1:

Tabel 1. Hasil XRF Pasir Sambera

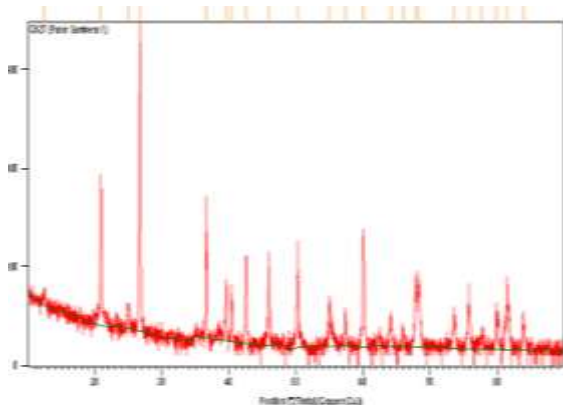
Nama Senyawa	Persentase berat %	
	Sebelum	Sesudah
Si	79.1	79.5
Al	14.9	15.2
K	2.16	1.98
Ca	1.20	0.88
Ti	1.18	1.08
Fe	1.05	0.95
Cr	0.15	0.091
Cu	0.09	0.093
Yb	0.08	0.08
Ni	0.03	0.03
V	0.05	0.058
Mn	0.04	0.04
Sc	0.01	

Dari tabel 1 dapat ditunjukkan bahwa hasil pengujian XRF pada desa sambera menyatakan bahwa kandungan terbesar pada senyawa Si sebesar 79,1% kemudian disusul oleh Al sebesar 14,9 % setelah dilakukan pemurnian diperoleh senyawa Si sebesar 79,5 kemudian disusul oleh Al sebesar 15, %. Dengan kondisi kedua material tersebut dapat menunjukkan bahwa Pasir Desa Sambera dapat dimanfaatkan sebagai sumber senyawa Si berupa silika dan Al berupa aluminium oksida. Dalam pemisahan dengan material lain diperlukan teknik pemisahan untuk mendapatkan senyawa Si dan Al yang murni.

Hasil XRD dilakukan dengan menggunakan tabung anoda Cu dengan panjang gelombang 1,54060 Å. Berikut ini adalah hasil uji XRD dalam tampilan program



Gambar 2. Sebelum Pemurnian



Gambar 3. Sesudah Pemurnian

Gambar 2. Grafik hubungan intensitas dengan sudut difraksi

Pola difraksi XRD terdiri dari beberapa peak. Intensitas peak diplot dalam sumbu y dan sudut difraksi yang terukur diplot dalam sumbu x. setiap peak atau reflection dalam pola difraksi terjadi akibat sinar-X yang terdifraksi dari bidang atau planes dalam specimen atau material yang diuji XRD. Setiap peak mempunyai tinggi intensitas yang berbeda. Intensitas yang terjadi berbanding lurus dengan jumlah foton sinar-X yang telah terdeteksi oleh detektor untuk setiap sudut.

Posisi peak-peak yang terjadi pada uji XRD tergantung dari struktur kristalnya, hal ini yang dapat digunakan untuk menentukan struktur dan parameter kisi dari material yang diuji. Hasil karakterisasi XRD pada sampel berupa intensitas difraksi sinar-X yang terdifraksi dan sudut-sudut yang terbentuk diatur berkisar antara 10° sampai $89,9^\circ$ sehingga menyebabkan

terjadinya variasi d -value (\AA). Hasil XRD dapat ditunjukkan pada tabel berikut:

Tabel 2. Hasil XRD pasir Sambera sebelum pemurnian

Pos. ($^\circ 2\theta$)	Height (cts)	FWHM ($^\circ 2\theta$)	d-spacing (\AA)	Rel. Int. (%)
12.3863	28.68	0.2362	7.14619	0.66
20.9343	882.97	0.0984	4.24357	20.37
24.9505	22.63	0.2362	3.56885	0.52
26.7321	4335.62	0.0787	3.33492	100.00
36.6379	594.07	0.0590	2.45282	13.70
39.5248	499.26	0.0590	2.28007	11.52
40.3535	45.85	0.2362	2.23514	1.06
42.5035	390.31	0.0787	2.12692	9.00
45.8586	53.23	0.1968	1.97882	1.23
50.1902	160.27	0.0787	1.81773	3.70
54.9532	759.76	0.0720	1.66953	17.52
55.0959	353.84	0.0720	1.66968	8.16
57.1978	3.14	1.1520	1.60923	0.07
60.0055	157.32	0.1440	1.54047	3.63
64.1089	18.54	0.3840	1.45141	0.43
65.8059	52.62	0.0960	1.41803	1.21
67.7985	45.58	0.1440	1.38112	1.05
68.3887	182.76	0.0960	1.37064	4.22
73.4842	45.63	0.0960	1.28766	1.05
75.6999	48.04	0.1680	1.25539	1.11
77.7557	7.59	0.5760	1.22725	0.17
79.9333	105.80	0.0720	1.19920	2.44
80.1606	55.23	0.1440	1.19638	1.27
81.1966	39.72	0.1440	1.18371	0.92
83.8897	20.60	0.2880	1.15243	0.48
85.1200	6.69	0.5760	1.13889	0.15
87.5325	6.94	0.5760	1.11360	0.16

Tabel 3. Hasil XRD pasir Sambera sesudah pemurnian

Pos. ($^\circ 2\theta$)	Height (cts)	FWHM ($^\circ 2\theta$)	d-spacing (\AA)	Rel. Int. (%)
12.3971	17.70	0.4723	7.14000	1.47
20.8788	320.45	0.0984	4.23477	26.80
24.9901	21.37	0.3149	3.56329	1.77
26.7313	1204.79	0.1378	3.33501	100.00
36.6304	133.71	0.1574	2.45331	12.76
39.5727	83.59	0.1968	2.27736	5.28
40.3850	60.82	0.0590	2.23346	5.05
42.5599	112.30	0.1181	2.12423	9.32
45.9382	124.54	0.0590	1.97557	10.80
50.2304	135.51	0.0984	1.81637	11.25
54.9890	39.51	0.2362	1.66991	3.28
57.3407	24.65	0.1181	1.60689	2.05
60.0056	184.93	0.0984	1.54174	15.52
64.1372	16.67	0.3149	1.45204	1.38
65.9330	8.57	0.3149	1.41674	0.71
67.8308	70.14	0.1574	1.38169	5.82
68.2898	84.93	0.3936	1.37351	5.39
73.5253	29.01	0.1181	1.28811	2.41
75.7232	65.47	0.1181	1.25510	5.43
77.5708	4.14	0.9446	1.23074	0.34
79.9221	37.09	0.1181	1.20034	3.08
81.5131	84.63	0.1181	1.18089	5.53
83.8562	23.32	0.1440	1.15280	1.94

Dari tabel 2 terlihat bahwa jarak bidang difraksi pada intensitas tertinggi (100%) yang dapat dilihat yakni pada sudut $2\theta = 26,7321$ dengan bidang difraksi $3,33\text{\AA}$, sedangkan pada tabel 3 terlihat bahwa jarak bidang difraksi pada intensitas tertinggi (100%) yang dilihat yakni pada sudut $2\theta = 26,7313$ dengan bidang difraksi $3,33\text{\AA}$. Hasil ini jika dibandingkan dengan penelitian Florke et al (1986), bahwa fase kuarsa dapat ditunjukkan pada bidang difraksi $3,34\text{\AA}$ dan $4,26\text{\AA}$. Selain itu menurut Munasir (2013) posisi sudut yang menghasilkan intensitas maksimum dan teridentifikasi sebagai fase kuarsa ialah

pada posisi $2\theta = 26,61^\circ$. Dengan demikian dapat dinyatakan bahwa sampel pasir Desa Sambera tersebut mengidentifikasi fase kuarsa.

4. KESIMPULAN

Berdasarkan hasil XRF Pasir Sambera memiliki kandungan senyawa Si sebesar 79.1% -79.5 % dan Al sebesar 14.9% - 15.2%. Jika dibandingkan dengan hasil XRD Pasir Sambera jarak bidang difraksi pada intensitas tertinggi (100%) yang dapat dilihat yakni pada sudut $2\theta = 26,7321$ dan $2\theta = 26,7313$ dengan bidang difraksi $3,33\text{\AA}$ mengidentifikasi fase kuarsa. Dengan demikian pasir sambera dapat dimanfaatkan sebagai sumber Silika dan aluminium oksida.

5. UCAPAN TERIMA KASIH

Penulis mengucapkan terima kasih kepada Sekolah Tinggi Teknologi Bontang dalam bantuan pendanaan penelitian ini.

6. DAFTAR PUSTAKA

- Darwis, Darmawati., Iqbal, Syamsu, (2016), Teknik Pembuatan Dan Karakterisasi Silika Berbasis Pasir Alam Untuk Bahan Baku Sel Surya. Penelitian Fundamental. Universitas Tadulako.
- Fansuri,H., (2010), Modul Pelatihan Operasional XRF. Laboratorium Energi dan Rekayasa, LPPMS ITS. Surabaya.
- Florke, Ow, and H Schneider, (1986), Verwachsungsbeziehungen Der SiO₂-Polymorphe Quarz, Cristobalit Und Tridymit In SiO₂-Reichen Keramischen Werkstoffen. Paper read at CFI. Ceramic forum internasional, 63(7-8), 368-372.
- Muliawan, A. (2015), Studi Penurunan Kadar Logam Besi (Fe) Dan Logam Mangan (Mn) Pada Lempung Terhadap Perubahan Arus Listrik Dalam Solenoida. Journal Of Mathematics And Natural Sciences, 6(2), 1-8.
- Muliawan, A. (2017), Metoda Pengurangan Zat Besi Dan Mangan Menggunakan Filter Bertingkat Dengan Penambahan Uv Sterilizer Skala Rumah Tangga. Jurnal Ilmiah Giga, 19(1), 8.
- Munasir, Triwikantoro, Moch Zainuri, Darminto. (2013), Ekstaksi dan Sintesis Nanosilika Berbasis Pasir Bacar dengan Metode Basah. Jurnal Penelitian Fisika dan Aplikasinya (JPFA), 3(2), 12-17
- Wianto, Totok dan Ninis Hadi Haryanti. (2008), Penentuan Mineral dan Logam Sebagai Material Dasar dalam Pengembangan Potensi Kalimantan Selatan sebagai daerah penghasil Nanomaterial. Jurnal Fisika Flux Vol.5 No.2
- Wianto, Totok., Nurma Sari, Darminto dan Suminar Pratapa. (2010), Sintesis dan Karakterisasi Nanosilika sebagai Upaya Pemanfaatan Potensi Sumberdaya Banjarbaru. Jurnal Fisika Flux. Vol.7 No.1
- Xiao, Xu-xian, Ke-long Huang, and Qiong-Qiong He. (2007), Synthesis and characterization of aminated SiO₂/CoFe₂O₄ nanoparticles. Transactions of Nonferrous Metals Society of China, 17(5), 1118-1122.