

Analisis Rietveld Data Difraksi Kristobalit Hasil Sintesis dengan Metode Kopresipitasi

Meladia Elok Purbarani dan Suminar Pratapa
Jurusan Fisika, FMIPA, Institut Teknologi Sepuluh Nopember (ITS)
Jl. Arief Rahman Hakim, Surabaya 60111 Indonesia
e-mail: seminar_pratapa@physics.its.ac.id

Abstrak—Telah dilakukan analisis data difraksi sinar-X pada serbuk-serbuk sampel silika amorf yang dipanaskan pada temperatur 1150°C dengan dua sumber pasir silika yang berbeda. Sampel pasir silika berasal dari Bancar, Tuban, Jawa Timur dan juga Tanah Laut Kalimantan Selatan. Studi ini bertujuan untuk melakukan analisis komposisi fasa yang terkandung pada sampel silika amorf yang telah didapatkan pola difraksinya. Serbuk-serbuk sampel tersebut antara lain ASB4 dan AST4. Analisis dilakukan menggunakan *Rietica* sebuah perangkat lunak berbasis metode Rietveld. Jangkau sudut yang dipilih adalah sebesar 15-65°. Hasil yang didapatkan adalah sampel ASB4 mengandung fasa *low cristobalite* dengan fraksi berat sebesar 97,3% sisanya merupakan fasa tridimit. Sedangkan, AST4 mengandung *low cristobalite* dengan fraksi berat sebesar 90,6% dan sisanya juga merupakan tridimit.

Kata kunci: analisis Rietveld, kristobalit, dan kopresipitasi.

I. PENDAHULUAN

Indonesia merupakan negara maritim karena merupakan negara kepulauan terbesar di dunia dengan panjang garis pantai mencapai 95.181 km serta lebih dari 17.508 pulau dan luas laut sekitar 3,1 juta km². Negara ini memiliki wilayah pesisir dan lautan yang dikenal sebagai negara dengan kekayaan dan keanekaragaman hayati laut terbesar di dunia. Ekosistem pesisir pantai, menyimpan berbagai potensi sumber daya alam yang bisa dimanfaatkan dan diolah, seperti pasir pantainya sendiri. Pasir pantai memiliki keanekaragaman yang bergantung dari letak, kondisi dan material terbentuknya. Kondisi fisik yang dapat dibedakan dari pasir pantai adalah dengan warna pasir tersebut, misalnya pasir dengan warna hitam pekat memiliki kandungan material berupa besi oksida, sedangkan pasir dengan warna putih memiliki kecenderungan material berupa kuarsa. Pasir kuarsa memiliki kecenderungan berwarna putih bening atau warna lain bergantung pada senyawa pengotornya. Kandungan yang dominan adalah silika (SiO₂) dan sisanya merupakan pengotor seperti CaO, Fe₂O₃, TiO₂, K₂O [1].

Dalam kegiatan industri, penggunaan pasir pantai sudah berkembang meluas, baik langsung sebagai bahan baku utama maupun bahan ikutan. Sebagai bahan baku utama yaitu digunakan dalam industri gelas kaca, semen, tegel, mosaik keramik, bahan baku fero silikon, dan silikon carbide bahan brasit (ampelas dan *sand blasting*). Sedangkan sebagai bahan baku ikutan, misal dalam industri cor, industri perminyakan

dan pertambangan, bata tahan api (refraktori), dan lain sebagainya [2].

Pada penelitian sebelumnya, Aristia [3] berhasil memperoleh silika dengan kemurnian tinggi. Hal ini memacu semangat para peneliti lain, seperti dengan metode yang sama untuk memperoleh silika dengan kemurnian tinggi pada fasa *quartz*.

Pasir yang dimurnikan dapat diolah lebih lanjut sebagai material berukuran yang kemudian memiliki karakteristik yang khas dan bernilai jual tinggi. Latief [2] dalam penelitiannya membutuhkan waktu selama sepuluh jam pada proses penggilingan menggunakan *ball milling*. Efektifitas waktu sangat diperhitungkan dalam penelitian ini sehingga hanya akan dibutuhkan waktu satu jam saja dalam proses penggilingannya. Metode kopresipitasi dipilih karena dirasa tidak membutuhkan konsumsi energi yang tinggi. Penelitian ini berfokus dalam pembuatan silika amorf untuk membentuk fasa kristobalit dengan bahan dasar pasir silika dari Bancar, Tuban dan Tanah Laut, Kalimantan Selatan.

II. METODE PENELITIAN

a. Purifikasi

Perlakuan pertama yang dilakukan adalah pasir silika tersebut dicuci dengan aquades agar pengotor yang melekat dapat dihilangkan, kemudian disaring dan dikeringkan dibawah bolam 60 watt dengan suhu ±80°C selama 1 hari. Setelah kadar air hilang, dipisahkan kadar pengotor yang terdapat dalam pasir silika dengan menggunakan magnet permanen.

Proses penggilingan dilakukan dengan alat *Fritsch Planetary Ball Mill*. Proses penggilingan basah (*wet milling*) pasir silika dilakukan dengan tujuan untuk memperkecil ukuran partikel pasir tersebut sehingga lebih mudah ditekan dan dicetak. Kecepatan penggilingan adalah 150 putaran per menit selama 1 jam menggunakan bola zirconia dengan *ball to powder (bpr)* 6:1 melalui media alkohol. Kemudian, pasir dikeringkan dengan temperatur 80°C sampai kering, lalu dilakukan pengujian EDX untuk mengetahui unsur-unsur yang terkandung di dalamnya, Setelah itu pasir diayak dengan menggunakan ayakan 120 mesh untuk menghomogenkan ukuran partikelnya yang kemudian dipisahkan kembali kadar pengotor yang terdapat dalam pasir silika dengan menggunakan magnet permanen.

Pasir yang telah berubah menjadi serbuk direndam dalam larutan HCl 2M selama minimal 12 jam. Setelah itu, hasil

rendaman dicuci sebanyak lima kali dengan menggunakan kertas saring. Hasil rendaman tadi dikeringkan dengan menggunakan panas lampu. Setelah kering, hasil tersebut dicuci dengan aquades. Sampai tahap ini, pasir alam telah disintesis menjadi mikrosilika.

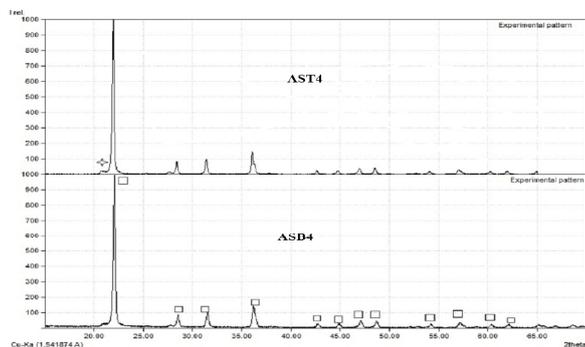
b. Sintesis Kristobalit

Tahap selanjutnya adalah kopresipitasi Mikrosilika dicampur dengan larutan NaOH 7M dan diaduk menggunakan magnetik stirrer pada temperatur 300°C. Proses ini dilakukan selama satu jam sehingga terbentuk sodium silikat kemudian larutan tersebut disaring dengan menggunakan kertas saring halus. Larutan yang lolos saringan didiamkan selama minimal tiga jam.

Larutan sodium silikat dititrasi dengan menggunakan HCl 2M secara bertahap sampai larutannya memiliki pH 7. Proses titrasi ini dikerjakan sambil mengaduk larutan tersebut dengan stirrer. Setelah tercapai pH yang diinginkan, stirrer dimatikan dan diamkan minimal 24 jam. Gel silika yang telah terbentuk dicuci dengan aquades sebanyak 200ml selama 15 kali. Proses ini bertujuan untuk menghilangkan kandungan NaCl dari gel silika. Selanjutnya disaring dan didapatkan gel yang kemudian dikeringkan dengan menggunakan oven pada temperature 100°C. Silika amorf hasil pengeringan yang didapat kemudian dikalsinasi pada temperature 1150°C

atau COD yang digunakan untuk fasa *low cristobalite* adalah 760935 dan untuk tridimit 710197 didapatkan plot hasil pencocokan seperti Gambar 3. Sebagian besar hasil analisis penghalusan yang dilakukan pada masing-masing sampel dapat dinyatakan diterima karena telah sesuai dengan nilai minimum parameter kecocokan (FoM), yaitu nilai GoF (Good of Fitness) < 4%. Selain itu, dari *difference plot* (kurva warna hijau) pada gambar penghalusan Rietveld nampak kurva tidak fluktuatif, sehingga hasil penghalusan dapat menentukan fraksi berat relatif fasa [4]. ASB4 dengan bahan dasar pasir silika dari Bancar, Tuban yang dipanaskan pada temperatur 1150°C membentuk fasa *low cristobalite* dengan fraksi berat sebesar 97,3%. Sedangkan, AST4 yang berasal dari Tanah Laut menghasilkan fasa *low cristobalite* dengan fraksi beratnya sebesar 90,1% *Good of Fitness* (GoF) ASB4 adalah 2,59 sedangkan, AST4 adalah 3,22. Tabel 1 menunjukkan nilai *figures of merits* dari sampel ASB4 dan AST4

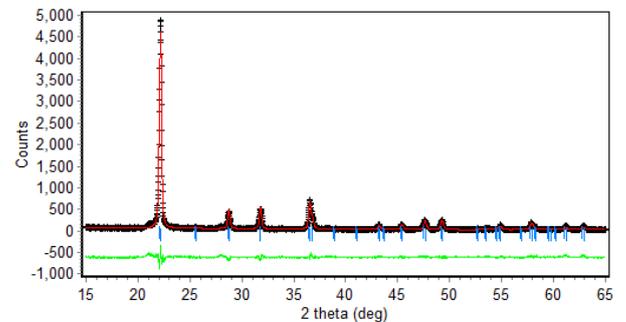
III. HASIL DAN PEMBAHASAN



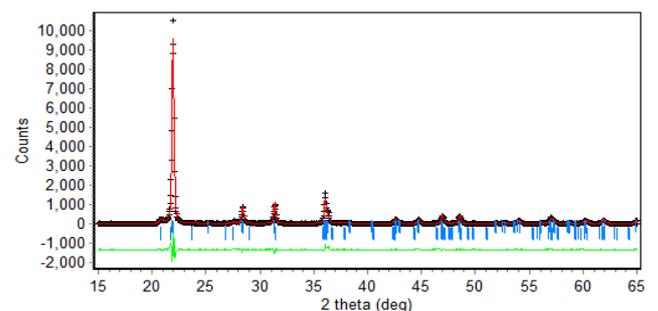
Gambar 1 Pola Difraksi Sinar-X (Radiasi CuKα) sampel ASB4 dan AST4 pada temperatur kalsinasi 1150°C.

Berdasarkan hasil uji XRD kemudian dilakukan analisis kualitatif dan didapatkan fasa *low cristobalite* pada hampir semua jangkau sudut yang didifraksi kecuali pada sudut $202\theta^\circ$ masih ditemukan adanya fasa tridimit. Pencocokan dilakukan dengan pola yang berasal dari *International Centre for Diffraction Data* (ICDD) dengan nomor PDF 760935 dan untuk tridimit 710197.

Proses selanjutnya setelah identifikasi fasa adalah analisa kuantitatif untuk penentuan komposisi fasa dengan menggunakan perangkat lunak rietica yang berbasis metode Rietveld Gambar 3 menunjukkan hasil penghalusan sampel AST4.



Gambar 2 Penghalusan Pola Difraksi (CuKα) Sampel ASB4 pada Temperatur Kalsinasi 1150°C.



Gambar 3 Penghalusan Pola Difraksi (CuKα) Sampel AST4 pada Temperatur Kalsinasi 1150°C.

Tabel 1 menunjukkan parameter-parameter yang dihasilkan dengan menggunakan metode Rietveld

Tabel 1
 Nilai *Figures-of-Merit* (FoMs) Hasil Penghalusan Pola Difraksi
 Sinar-X Sampel ASB4 dan AST4

No	Senyawa	<i>Figures of Merit</i> (FoM)			
		GoF	R _p	R _{wp}	R _{exp}
1	ASB4	2,5	11,3	15,8	10,1
2	AST4	2,8	11,2	14,3	8.6

IV. KESIMPULAN

Berdasarkan penelitian yang dilakukan maka dapat diambil kesimpulan telah berhasil disintesis kristobalit yang dikalsinasi pada temperatur 1150°C dengan waktu penahanan 4 jam dengan fraksi beratnya yang mencapai 97,3% untuk ASB4 dan 90,1% untuk AST4

UCAPAN TERIMA KASIH

Ucapan terima kasih disampaikan kepada Kementerian Pendidikan dan Kebudayaan Republik Indonesia melalui Lembaga Penelitian dan Pengabdian kepada Masyarakat (LPPM) ITS yang telah mendukung sebagian pendanaan riset ini melalui Program EPI-Unet nomor 013674.36/IT2.7/PN.01.01/2013 yang diberikan kepada SP.

DAFTAR PUSTAKA

- [1] Widiyanto, M.Y.H., 2013. Kestabilan Sifat Fisik dan Fasa Komposit Keramik Berbasis Pasir Silika-MgO. Institut Teknologi Sepuluh Nopember, Surabaya
- [2] Latief, C., 2014. Pengaruh Variasi Temperatur Kalsinasi pada Struktur Silika. Institut Teknologi Sepuluh Nopember, Surabaya
- [3] Aristia, G., 2013. Analisis Komposisi Fasa Komposit Pasir Silika dan MgO. Institut Teknologi Sepuluh Nopember, Surabaya
- [4] Pratapa, S., 2009. Bahan Kuliah Difraksi Sinar-X. Jurusan Fisika FMIPA ITS, Surabaya.