PENGARUH TEMPERATUR TERHADAP STRUKTUR SILIKA ALAM DARI NAGARI SARUASO KABUPATEN TANAH DATAR

SKRIPSI

diajukan sebagai syarat untukmendapatkan gelar Sarjana Sains

Oleh

RAUDHATUL HASWATI
12793

PROGRAM STUDI FISIKA
JURUSAN FISIKA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS NEGERI PADANG
2014

PERSETUJUAN SKIRPSI

Judul	Pengaruh Temperatur Terhadap Struktur Silika Alam Dari Nagari Saruaso Kabupaten Tanah Datar
Nama	Raudhatul Haswati
NIM	12793
Program Studi	Fisika
Jurusan	Fisika
Fakultas	Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam

Padang, 5 Agustus 2014

Disetujui oleh

Pembimbing I	Pembimbing II
Dr. Hj. Ratnawulan, M.Si	Dra. Hj. Yenni Darvina, M.Si
NIP. 19690120 199303 2 002	NIP. 19630911 198903 2 003

PENGESAHAN LULUS UJIAN SKRIPSI

Nama	Raudhatul Haswati
NIM	12793
Program Studi	Fisika
Jurusan	Fisika
Fakultas	Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam

dengan judul

Pengaruh Temperatur Terhadap Struktur Silika Alam Dari Nagari Saruaso Kabupaten Tanah Datar

Dinyatakan lulus setelah dipertahankan di depan Tim Penguji Skripsi
Jurusan Fisika Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Universitas Negeri Padang

Padang, 5 Agustus 2014

Tim Penguji

Nama		Tanda Tangan
Ketua	Dr. Hj. Ratnawulan, M.Si	
Sekretaris	Dra. Hj. Yenni Darvina, M.Si	
Anggota	Dr. Hj. Djusmaini Djamas, M.Si	
Anggota	Dr. Hamdi, M.Si	
Anggota	Drs. Hufri, M.Si	

SURAT PERNYATAAN

Dengan ini saya menyatakan bahwa skripsi ini benar - benar karya saya sendiri. Sepanjang pengetahuan saya tidak terdapat karya atau pendapat lain yang ditulis atau diterbitkan orang lain kecuali sebagai acuan kutipan dengan mengikuti tata penulisan karya ilmiah yang lazim.

Padang, 5 Agustus 2014

Saya yang menyatakan

Raudhatul Haswati

ABSTRAK

Raudhatul Haswati : Pengaruh Temperatur Terhadap Struktur Silika Alam Dari Nagari Saruaso Kabupaten Tanah Datar

Penelitian ini berawal dari kenyataan bahwa Indonesia adalah salah satu negara yang memiliki potensi Sumber Daya Alam yang melimpah, khususnya bahan tambang mineral pasir kuasa. Potensi pasir kuarsa yang begitu banyak tersedia hanya sebagian daerah saja yang bisa mengolah dan dimanfaatkan dengan baik oleh masyarakat, seperti di daerah Nagari Saruaso Kabupaten Tanah Datar. Masyarakat di sana hanya bisa mengelolah sebagian kecil saja dengan nilai ekonomis yang juga kecil dari pasir kuarsa tersebut. Untuk melihat adanya peluang bernilai ekonomis yang tinggi dari pasir kuarsa dari Nagari Saruaso, perlu dilakukan suatu penelitian berbentuk eksperimen analisis. Melihat permasalahan yang terjadi dapat dirumuskan masalah dalam penelitian ini yaitu: Berapa kandungan silika yang terdapat pada pasir kuarsa, serta bagaimana pengaruh temperatur terhadap struktur silika yang berasal dari Nagari Saruaso Kabupaten Tanah Datar.

Penelitian ini merupakan jenis penelitian yang bersifat eksperimen analisis yang dilaksanakan di Laboratorium Material Jurusan Fisika FMIPA UNP dan Laboratorium Jaminan Kualitas PT Semen Padang. Pada penelitian ini dilakukan variasi temperatur yaitu 800 ^{o}C, 900 ^{o}C, 1000 ^{o}C, dan 1100^{o}C. *X-Ray Fluorescence* (XRF) digunakan untuk mengetahui kadar kandungan silika pada pasir kuarsa. *X-Ray Diffraction* (XRD) digunakan untuk mengidentifikasi struktur silika yang meliputi: fasa, ukuran butir kristal dan parameter kisi.

Pada penelitian ini diperoleh data pengujian XRF berupa kadar kandungan silika adalah 88,957%. Berdasarkan data pengujian XRD diperoleh informasi bahwa akibat peningkatan temperatur terjadi perubahan struktur pada silika alam. Pada temperatur 26 ^{o}C silika memiliki fasa quartz dan pada rentang temperatur 800 ^{o}C sampai 1000 ^{o}C muncul fasa baru yaitu *cristobalite.* Sedangkan untuk temperatur 1100 ^{o}C muncul mineral silika baru *tridymite-low.* Dalam penelitian ini juga ditemukan pengaruh temperatur terhadap ukuran butir dimana semakin tinggi temperatur yang diberikan semakin kecil ukuran butir kristalnya. Selain fasa dan ukuran butir juga terjadi perubahan parameter kisi yaitu fasa quartz berstruktur hexagonal dengan parameter kisi a=b= 4.9124 Å c=5.4039 Å yang dominan mengecil seiring pertambahan temperatur. Begitu juga dengan *cristobalite* parameter kisi yang bermula a=b=c= 7.4170 Å cendrung menurun seiring pertambahan temperatur.

Kata Kunci : Fasa, Parameter kisi, Silika, Struktur, Ukuran butir, *X-Ray Diffraction* (XRD) , *X-Ray Fluorescence* (XRF)

KATA PENGANTAR

Puji dan syukur penulis ucapkan kehadirat Allah SWT yang telah melimpahkan rahmat dan hidayah-Nya sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi ini yang berjudul **"Pengaruh Temperatur Terhadap Struktur Silika Alam Dari Nagari Saruaso Kabupaten Tanah Datar"** Selanjutnya salawat dan salam penulis persembahkan kepada Nabi Besar Muhammad SAW.

Skripsi ini merupakan bagian dari **Penelitian Unggulan Perguruan Tinggi** tahun 2013 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*. Skripsi ini disusun sebagai salah satu syarat memperoleh gelar Sarjana Sains pada Program Studi Fisika, Jurusan Fisika, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Negeri Padang.

Dalam penulisan skripsi ini, penulis banyak mendapatkan masukan berupa sumbang pikiran, bimbingan, dan saran dari berbagai pihak. Untuk itu, penulis mengucapkan terima kasih kepada :

1. Ibu Dr. Hj. Ratnawulan, M.Si. Selaku pembimbing I.
2. Ibu Dra. Hj. Yenni Darvina, M.Si. Selaku pembimbing II.
3. Ibu Dr. Hj. Djusmaini Djamas, M.Si, bapak Dr. Hamdi,M.Si, dan bapak Drs. Hufri, M.Si. Selaku penguji.
4. Bapak Drs. Akmam, M.Si. Sebagai Ketua Jurusan Fisika.
5. Ibu Dra. Hidayati, M.Si. Sebagai Ketua Prodi Jurusan Fisika

6. Bapak Pakhrur Razi, S.Pd, M.Si. sebagai penasehat akademik.
7. Kedua orang tua dan kakak-kakak yang telah memberikan dukungan moril dan materil.
8. Seluruh staf pengajar Jurusan Fisika yang telah membekali penulis dengan berbagai ilmu dan pengetahuan selama masa perkuliahan.
9. Bapak Rafmatias sebagai kepala urusan Laboran Jaminan Kualitas di PT. Semen Padang yang telah mengizinkan penulis untuk melakukan Pengukuran XRD, Pemanasan sampel dan ilmu serta diskusi yang telah diberikan.
10. Bapak Nuzuwir sebagai staf di Dinas ESDM Sumatera Barat telah membantu dalam proses pengambilan sampel pada penelitian ini.
11. Bapak Aldinol Laboran Jaminan Kualitas di PT. Semen Padang yang telah membantu penulis dalam pengambilan data pada penelitian ini.
12. Selanjutnya rekan-rekan dan semua pihak yang telah membantu hingga terselesaikannya skripsi ini.

Penulis menyadari bahwa dalam penulisan skripsi ini masih banyak kekurangan di dalamnya, sehingga penulis membutuhkan saran dan kritik yang konstruktif guna perbaikan skripsi ini ke depannya.

Padang, April 2014

Penulis

DAFTAR ISI

Halaman

ABSTRAK i
KATA PENGANTAR ii
DAFTAR ISI iv
DAFTAR TABEL vi
DAFTAR GAMBAR vii
DAFTAR LAMPIRAN ix
BAB I PENDAHULUAN
A. Latar Belakang 1
B. Pembatasan Masalah 6
C. Perumusan Masalah 6
D. Tujuan Penelitian 6
E. Manfaat Penelitian 7
BAB II TINJAUAN PUSTAKA
A. Pasir Kuarsa 8
1. Potensi Pasir Kuarsa 8
2. Kandungan Pasir Kuarsa 10
3. Manfaat Pasir Kuarsa 12
B. Silika. 13
1. Struktur Silika 13
2. Pengaruh Temperatur Terhadap Struktur Silika 15
a. Fasa 16
b. Ukuran Butir 21
c. Parameter Kisi 24
C. Kristal 26
1. Struktur Kristal 26
2. Sistem Kristal 28

3. Bidang Kristal 29
4. Indek Miler 29
D. *X-Ray diffraction* 30
1. Sinar X 30
2. Proses *X-Ray Diffraction* 35
E. *X-Ray Fluorescence* 46
1. Definisi *X-Ray Fluorescence* 47
2. Prinsip fisis *X-Ray Fluorescence* 48
BAB III METODE PENELITIAN
A. Jenis Penelitian 51
B. Waktu dan Tempat Penelitian. 51
C. Variabel Penelitian 52
D. Prosedur Penelitian 52
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN
A. Hasil Penelitian 63
1. Deskripsi Data 63
a. Data Hasil Karakterisasi XRF 63
b. Data Hasil Karakterisasi XRD 63
2. Analisis Data 71
a. Kandungan Pasir Kuarsa 71
b. Pengaruh Temperatur Terhadap Struktur Silika Alam 72
B. Pembahasan 91
1. Kandungan Silika Dari Pasir Kuarsa 91
2. Pengaruh Temperatur Terhadap Struktur Silika Alam 92
BAB V PENUTUP
A. Kesimpulan 96
B. Saran 97
DAFTAR PUSTAKA 98
LAMPIRAN 101

DAFTAR TABEL

Halaman

Tabel 1. Struktur Kristal Silika..... 15
Tabel 2. Data Perhitungan Energi Fasa Silika……... 19
Tabel 3. Tujuh Sistem Kristal Dan 14 Kisi Bravais……... 28
Tabel 4. Data Hasil Pengukuran Dalam Temperatur Ruang……. 64
Tabel 5. Data Hasil Pengukuran Dalam Temperatur 800^{o}C……. 66
Tabel 6. Data Hasil Pengukuran Dalam Temperatur 900^{o}C……. 68
Tabel 7. Data Hasil Pengukuran Dalam Temperatur 1000^{o}C ……... 69
Tabel 8. Data Hasil Pengukuran Dalam Temperatur 1100^{o}C…… 70
Tabel 9. Kandungan Pasir Kuarsa…….. 71
Tabel10. Hasil Pengukuran Dalam Temperatur Ruang…….. 73
Tabel 11. Hasil Pengukuran Dalam Temperatur 800^{o}C…….. 75
Tabel 12. Hasil Pengukuran Dalam Temperatur 900^{o}C…….. 76
Tabel 13. Hasil Pengukuran Dalam Temperatur 1000^{o}C…… 78
Tabel 14. Hasil Pengukuran Dalam Temperatur 1100^{o}C…… 80
Tabel 15. Fasa yang Terbentuk Pada Masing-Masing Sampel……... 83
Tabel 16. Ukuran Butir Kristal Pada Temperatur Ruang……. 84
Tabel 17. Ukuran Butir Kristal Pada Temperatur 800^{o}C ……... 85
Tabel 18. Ukuran Butir Kristal Pada Temperatur 900^{o}C…… 85
Tabel 19. Ukuran Butir Kristal Pada Temperatur 1000^{o}C…….. 86
Tabel 20. Ukuran Butir Kristal Pada Temperatur 1100^{o}C…….. 87
Tabel 21. Parameter Kisi Silika Terhadap Temperatur…… 89

DAFTAR GAMBAR

Gambar 1. Daerah Saruaso……..... 9

Gambar 2. Pasir kuarsa……..... 11

Gambar 3. Struktur kristal silikon dioksida……..... 13

Gambar 4. Bentuk fasa dari kristal silika. 14

Gambar 5. Hambatan energi yang memisahkan keadaan struktural..... 17

Gambar 6. Energi setimbang pada fasa silika. 18

Gambar 7. Diagram fasa SiO2……. 21

Gambar 8. Perubahan struktur mikro saat pemanasan. 22

Gambar 9. Energi pemuaian. 24

Gambar 10. Struktur kristal…….. 27

Gambar 11. Titik kisi dalam kristal. 27

Gambar 12. Perpotongan bidang dan sumbu……..... 30

Gambar 13. Skema tabung Sinar-X……..... 31

Gambar 14. Spektrum sinar-X molybdenum…… ... 32

Gambar 15. Transisi electron…… .. 34

Gambar 16. Perbandingan radiasi Cu dengan filter dan tanpa filter……..... 35

Gambar 17. Difraksi bidang kisi…… .. 37

Gambar 18. Tampilan hasil spectrum X-ray Diffractometer…… ... 43

Gambar 19. Pengaruh puncak pada pola difraksi……..... 45

Gambar 20. Proses XRF (peristiwa efek fotolistrik)..... 48

Gambar 21. Skema prinsip XRF..... 49

Gambar 22. Pasir kuarsa nagari Saruaso…….. 53

Gambar 23. X-Ray difractometer…….…….. 53

Gambar 24. X-Ray Fluorescence……..……..... 53

Gambar 25. Furnace……..……..…..... 54

Gambar 26. Bowlmill…….…… 54

Gambar 27. Neraca …….…….. 55

Gambar 28. Mortar dan lumpang…….……..... 55

Gambar 29. Ayakan otomatis ……..……. 55

Gambar 30. Pengambilan pasir kuarsa……..……. 56

Gambar 31. Sampel pasir dengan variasi temperatur……..……. 57

Gambar 32. Prinsip Kerja XRD……..... 59

Gambar 33. Hasil pengukuran berupa difraktogram……..……... 60

Gambar 34. Diagram alir……... 62

Gambar 35. Pola difraksi Temperatur ruang……. 64

Gambar 36. Pola difraksi Temperatur 800^{o}C…….……...…..... 66

Gambar 37. Pola difraksi Temperatur 900^{o}C……..…..……..... 67

Gambar 38. Pola difraksi Temperatur 1000^{o}C…….……..... 68

Gambar 39. Pola difraksi temperatur 1100^{o}C……..……..... 70

Gambar 40. Pola difraksi pasir kuarsa Temperatur ruang……. 72

Gambar 41. Pola difraksi pasir kuarsa Temperatur 800^{o}C…….……..…. 74

Gambar 42. Pola difraksi pasir kuarsa Temperatur 900^{o}C…….…..……. 76

Gambar 43. Pola difraksi pasir kuarsa Temperatur 1000^{o}C……..……. 78

Gambar 44. Pola difraksi pasir kuarsa Temperatur 1100^{o}C……..……. 80

Gambar 45. Fasa silika dengan variasi temperatur…….……..... 82

Gambar 46. Hubungan temperatur dan ukuran butir ……. 88

DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran1.Data hasil XRF ……..... 101

Lampiran 2. Data hasil XRD ……..... 103

Lampiran 3. Dokumentasi …… 131

BAB I

PENDAHULUAN

A. Latar Belakang

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 (Ratnawulan, 2013).

Menurut Badan Informasi Mineral dan Batubara, bahan tambang mineral yang terdapat di Indonesia diantaranya adalah material-material dengan kandungan oksida seperti SiO_2, $CaCO_3$, CaO, Al_2O_3. Bahan mineral tersebut banyak terkandung pada pasir alam salah satunya adalah pasir kuarsa. Di Indonesia pasir kuarsa tidak sulit untuk ditemukan karena sebagian besar daerah Indonesia adalah daerah pergunungan dan perbukitan. Daerah terbesar yang banyak terdapat pasir kuarsa adalah di Sumatera Barat. Kemudian, menyusul daerah Kalimantan Barat, Jawa Barat, Sumatera Selatan, Kalimantan Selatan, dan Bangka Belitung (ESDM, 2011).

Berdasarkan data yang ada pada buku Peluang Investasi Sektor ESDM yang diterbitkan Kementerian Energi dan Sumber Daya Mineral (2011), mengenai perkembangan konsumsi-produksi pasir kuarsa di Indonesia dalam kurun waktu 1981-1996. Volume impor yang semakin meninggkat membuktikan bahwa Indonesia

memiliki potensi yang cukup besar untuk jenis bahan galian golongan C ini. Di Sumatera Barat dinas ESDM telah melakukan kajian terhadap Sumber Daya Mineral di 15 Kabupaten/Kota dan terdapat 42 jenis mineral yang sudah diidentifikasi keberadaannya.

Pasir kuarsa yang juga disebut sebagai pasir silika (SiO_2) atau *quartz* telah banyak dimanfaatkan dalam berbagai aplikasi teknologi. Pemanfaatan silika paling banyak digunakan untuk bahan baku pembuatan industri gelas dan kaca dengan persentase SiO_2 yaitu 34,6%. Namun juga banyak digunakan untuk bahan campuran semen dengan kandungan SiO_2 30-92%. Pemanfaatan untuk pembuatan detergen, pelapis las, pembersih dan elektrolit dapat digunakan SiO_2 dengan persentase rendah 23 - 30%. Beberapa tahun terakhir pemanfaatan silika dan kalsium dibuat dalam ukuran nano menjadi bahan bioaktif untuk perbaikan jaringan tulang (Zhongkui, 2009). Aplikasi lain di industri adalah untuk produksi pigmen, *pharmaceutical*, keramik dan katalis (Nozawa, 2005).

Pemanfaatan pasir silika yang dicampur dengan kapur padam dan air akan membentuk semen. Pemanfaatan silika sebagai bahan baku semen dengan komposisi kandungan SiO_2: 51,93% - 57,35% dan Al_2O_3: 18,04% - 20,57% (*Katili,J.A.2007*). Sedangkan, Sirin (2009) menjelaskan manfaat silika dengan kandungan 34,6% bisa digunakan dalam pembuatan *waterglass*, dan 28-30% dapat digunakan sebagai pelapis las, pembersih, elektrolisis, pembuatan semen keras, semen tahan panas, semen bangunan serta semen tahan asam.

Miftahussalam (2008) mengemukakan bahwa “pasir kuarsa di Indonesia banyak mengandung silika yang berkisar 55,30 - 99,87% dalam bentuk SiO_2 dengan disertai pengotor antara lain Al_2O_3, Fe $_2O_3$, CaO, TiO_2, NaO_2 atau K_2O”. Berdasarkan penelitian sebelumnya, Munasir (2012) mengambil pasir kuarsa dari daerah Tuban dan Sumenep Jawa Timur dengan kemurnian oksida *quartz* (SiO_2) yaitu 76 %. Di daerah Kalimantan Barat dilakukan penelitian oleh Teguh (2009) dengan kandungan silika 98,6 %. Sedangkan Penelitian yang dilakukan oleh Asmuni (2004) pada pasir kuarsa Desa Perupuk Kabupaten Asahan Sumatera Utara ditemukan juga silika sebagai komponen utamanya dan subkomponen yang lain yaitu *Sodium Alumunium Silicate* ($NaAlSiO_3O_8$). Surahmat (2012) meneliti pasir kuarsa dari Pantai Bancar Tuban Jawa Timur mengandung Si 69,3% dengan intensitas 100% berada pada posisi $2\theta = 26,619$ sebagai fasa *quartz.*

Setiap wilayah di Indonesia kandungan dan struktur silika yang terdapat di dalam pasir kuarsa memiliki komposisi berbeda-beda. Perbedaan tersebut sesuai dengan keadaan dari struktur alam daerah masing-masing. Pasir kuarsa yang dikenal dengan nama pasir putih merupakan salah satu hasil pelapukan batuan yang mengandung mineral utama silika. Keadaan alam dan proses pelapukan yang terjadi merupakan salah satu penyebab mengapa kandungan serta struktur silikanya berbeda-beda.

Material-material yang dipanaskan dengan temperatur tertentu akan berpengaruh terhadap struktur material tersebut. Apabila suatu material dipanaskan dengan laju pemanasan tetap maka akan terjadi perubahan fisika seperti perubahan fasa (Smallman, 2000). Menurut Silvi dan D’Arco (2002: 19-21) silika memiliki bentuk

kristal yang bermacam-macam seperti : *α-quartz, β- quartz, α-cristobalite, β-cristobalit* dan *tridymite.* Bentuk tersebut merupakan bentuk kristal yang sering ditemui. Sedangkan ada bentuk kristal dari silika yang jarang muncul seperti *stishovite* dan *fluorite.* Dengan banyaknya struktur yang dimiliki oleh silika ini akibat pemberian variasi temperatur sehingga membuat silika banyak dimanfaatkan dalam dunia industri.

Sirin (2009) mengulas bahwa bahan *Silica glass* memiliki struktur Kristal *amorf* pada temperatur 500-600^{o}C. Pada rentang temperatur 600 – 720^{o}C silika memiliki struktur kristal. Pada temperatur 800-900^{o}C akan berfasa *quartz* dan ketika temperatur dinaikan menjadi 1000^{o}C maka akan berubah menjadi tridimit dan kritobalit. Selain itu, Munasir (2012) mengatakan bahwa " *quartz* merupakan salah satu fasa Kristal dari SiO_2 selain *Tridymite* dan *Cristobalite"*.

Berdasarkan Penelitian-penelitian yang telah dilakukan, temperatur sangat berperan penting terhadap perubahan struktur. Pada penelitian lain menemukan saat temperatur kamar (± 28 ^{o}C) silika akan berupa kristal amorf. Pada temperatur 200-300 ^{o}C terlihat fasa *cristobalite* dan temperatur 163 ^{o}C terlihat fasa *tridymite.* Struktur *quartz* terbentuk pada silika dengan temperatur 870 ^{o}C *(*Gilbert, 1927). Perbedaan struktur ini disebabkan oleh keberadaan dari bahan pembentuk silika yang bergantung dengan daerah yang ditempati.

Temperatur selain mengakibatkan perubahan pada fasa juga menyebabkan perubahan yang terjadi pada ukuran butir dan parameter kisi. Pada temperatur kamar,

satuan tetrahiral dari silika tersusun dalam suatu susunan heksagonal, tetapi pada temperatur 875 ^{o}C kestabilan susunan tertrahidral silika berubah (Asmuni,2004). Hanna (2013) dalam penelitiannya menemukan pengaruh temperatur terhadap ukururan butir nanosilika yang berstruktur amorf. Ukuran butir silika sebelum kalsinasi adalah 4,059 - 31,756 nm sedangkan setelah kalsinasi ukuran butirnya menjadi 3,129 - 28,5367 nm. Temperatur pemanasan yang terus meningkat mengakibatkan ukuran butir semakin kecil dan menghasilkan nano material yang sangat dibutuhkan oleh indusrti (Surahmat, 2009).

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan di berbagai daerah di Indonesia. Peneliti tertarik melakukan penelitian terhadap pasir kuarsa yang ada di Sumatera Barat terutama di Nagari Saruaso Kabupaten Tanah Datar. Penelitian ini dilakukan untuk melihat kandungan dan struktur silika alam dari Nagari Saruaso, serta melihat pengaruh temperatur terhadap struktur silika alam dari pasir kuarsa. Diharapkan dari penelitian ini, pasir kuarsa yang ada dapat dimanfaatkan sesuai kebutuhan dan mempunyai nilai jual yang tinggi dibandingkan dengan keadaan mentah (*raw material)*. Sedangkan temperatur yang digunakan dalam penelitian ini adalah temperatur ruang (26^0C), 800^0C, 900^0C, 1000^0C dan 1100^0C. Untuk mengetahui kandungan yang terdapat pada pasir kuarsa penelitian ini menggunakan alat *X-Ray Fluorescence* (XRF) dan untuk menganalisis struktur silika digunakan alat karakterisasi yaitu *X-Ray Diffraction* (XRD).

B. Pembatasan Masalah

Adapun batasan masalah pada penelitian ini adalah sebagai berikut :

1. Variasi temperatur yang diberikan yaitu temperatur 26 ^{o}C (ruang), 800 ^{o}C, 900 ^{o}C, 1000 ^{o}C dan 1100^{o}C.
2. Alat karakterisasi yang digunakan adalah *X-Ray Fluorescence* tipe *epsilon* 3 dan *X-Ray Difraction* tipe alat *CubiX*^{3} *Cement.*
3. Struktur silika yang dimaksud meliputi : fasa, ukuran butir, parameter kisi (α, β, γ, a, b, c, grup ruang, dan sistem kristal).

C. Perumusan Masalah

Berdasarkan latar belakang dapat dirumuskan permasalahannya yaitu :

1. Berapa kandungan silika yang terdapat pada pasir kuarsa yang berasal dari Nagari Saruaso Kabupaten Tanah Datar ?
2. Bagaimana pengaruh temperatur terhadap struktur silika yang berasal dari Nagari Saruaso Kabupaten Tanah Datar ?

D. Tujuan Penelitian

Adapun tujuan dari penelitian ini adalah :

1. Mengetahui kandungan silika yang terdapat pada pasir kuarsa yang berasal dari Nagari Saruaso Kabupaten Tanah Datar .
2. Mengetahui pengaruh temperatur terhadap struktur silika alam yang berasal dari Nagari Saruaso Kabupaten Tanah Datar .

E. Manfaat Penelitian

Hasil penelitian ini diharapkan bermanfaat untuk :

1. Bagi penulis
   a. Sebagai Syarat untuk menyelesaikan Program S1 di Jurusan Fisika Universitas Negeri Padang.
   b. Mengetahui banyaknya keberadaan silika alam yang terdapat di daerah Sumatera Barat terutama di Nagari Saruaso Kabupaten Tanah Datar.
   c. Mengetahui pengaruh temperatur terhadap struktur silika yang terdapat di Nagari Saruaso Kabupaten Tanah Datar.
   d. Meningkatkan pemahaman ilmu fisika terutama pada bidang alat karakteristik XRF dan XRD.
2. Bagi Pembaca
   a. Menjadi sumber informasi mengenai potensi-potensi sumber daya mineral yang dapat digunakan untuk perencanaan dan pengembangan wilayah serta pengembangan perekonomian daerah oleh Pemerintah Daerah yang bersangkutan, investor dan masyarakat lainnya yang membutuhkan.
   b. Menambah pengetahuan pembaca tentang kandungan pasir kuarsa
   c. Menjadi tambahan literatur untuk peneliti selanjutnya.

BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

A. Pasir Kuarsa

1. Potensi Pasir Kuasa

Indonesia merupakan negara dengan sumber daya alam yang melimpah. Sumber daya alam itu meliputi minyak, gas dan komoditi mineral. Sumber daya komoditi mineral di Indonesia salah satunya ialah pasir kuarsa dimana pasir kuarsa termasuk bahan galian golongan C menurut data rekapitulasi KP 1April 1995. Berdasarkan data yang ada pada buku Peluang Investasi Sektor ESDM yang diterbitkan Kementerian Energi dan Sumber Daya Mineral (2011), komoditi pasir kuarsa memiliki potensi dan cadangan yang cukup besar .

Daerah- daerah di Indonesia yang memiliki kandungan pasir kuarsa adalah Aceh, Sumatera Utara, Sumatera Barat, Bengkulu, Jawa Barat, Jawa Tengah, Kalimantan Dan Lampung. Keberadaan pasir kuarsa di Sumatera Barat dapat ditemukan di beberapa Kabupaten/Kota. Menurut Tatang di buku Profil Pusat Penelitian dan Pengembangan Teknologi Mineral (1996) Potensi pasir kuarsa di Sumatra Barat terdapat di daerah Saruaso, Palangki,Kota Baru, dan Singkarak.

Kabupaten Tanah Datar dengan ibukota kabupaten Batusangkar, terletak di sebelah timur laut Kota Padang, dapat dicapai dengan kendaraan roda empat melalui jalan raya propinsi yang cukup baik sejauh 73 Km ke kota Padang Panjang dan 30

Km ke Batusangkar. Secara geografi terletak di antara 100^{o} 19’ – 100^{o} 51’ Bujur Timur dan 00^{o} 17’ – 0^{o} 40’ Lintang Selatan. Sebelah utara berbatasan dengan Kabupaten Lima Puluh Koto, sebelah selatan berbatasan dengan Kabupaten Pasaman dan Kabupaten Solok, sebelah timur dengan Kota Sawahlunto dan sebelah barat dengan Kabupaten Agam. Peta wilayah Tanah Datar dapat dilihat pada Gambar 1.

Morfologi wilayah Tanah Datar terdiri dari perbukitan dan dataran rendah. Morfologi perbukitan dicirikan dengan adanya lembah dan lereng yang terjal dengan puncak puncak bukit yang menonjol, terutama pada daerah - daerah yang ditempati oleh batuan konglomerat dan volkanik. Morfologi karst merupakan morfologi perbukitan terjal yang khas terdapat di daerah batu gamping, morfologi ini terbentang sesuai dengan sebaran batu gamping yang banyak terdapat di wilayah ini seperti di daerah Lintau buo, Pamusihan, Rao-Rao (Sjahril, 2002).

Gambar 1. Peta Daerah Tanah Datar

Pada Gambar 1 terlihat Morfologi Daerah Tanah Datar dengan struktur alam yang berbeda-beda. Struktur yang terdapat di wilayah ini terutama adalah sesar, patahan dan perlipatan. Morfologi alam yang membuat daerah bagian kabupaten Tanah Datar memiliki banyak bahan galian.

Di Daerah dataran di sekitar Danau Singkarak, yang umumnya ditempati oleh batuan alluvium. Pasir kuarsa terdapat di daerah Kecamatan Tanjung Emas, Kanagarian Saruaso. Saruaso adalah suatu nagari yang terletak di Kabupaten Tanah Datar Provinsi Sumatera Barat yang memiliki salah satu potensi terbesar pasir kuarsa di Indonesia.

2. Kadungan Pasir Kuarsa

Pasir kuarsa di alam ditemukan dengan kemurnian yang berbeda-beda. Pasir kuarsa yang memiliki 100% kandungan SiO_2 disebut dengan pasir kuarsa murni. Kemurnian pasir kuarsa bergantung pada material pengotor yang terbawa selama proses pembentukannya. Material pengotor yang mempengaruhi persentase kemurnian pasir kuarsa berupa lempung, zat organik yang berasal dari pelapukan hewan atau tumbuhan dan berbagai senyawa oksida (besi, alkali, alkali-tanah).

Menurut Tatang (1996)

> "Pasir kuarsa dikenal masyarakat dengan nama pasir putih. Pasir kuarsa berasal dari pelapukan batuan beku, sedimen, maupun metamorfosa. Hasil pelapukan terbawa oleh air dan angin kemudian tercuci serta mengendap di tepi-tepi sungai, danau atau laut menjadi endapan pasir kuarsa. Kelompok batuan beku asam, dalam hal inni kelompok batuan granit seperti granit, granodiorit, porfiri kuarsa, riolit dan sebagainya merupakan sebagi sumber utama terjadinya endapan pasir kuarsa. Batuan sedimen yang menjadi sumber terbentuknya pasir kuarsa adalah batu pasir kuarsa."

Pasir kuarsa mempunyai komposisi gabungan dari SiO_2, Fe_2O_3, Al_2O_3, TiO_2, CaO, MgO, dan K_2O. Pasir kuarsa memiliki ciri-ciri berwarna putih bening atau warna lain bergantung pada senyawa pengotor yang terkandung, kekerasan 7 pada skala Mohs, berat jenis 2,65, titik lebur 17.150^oC, bentuk kristal heksagonal, panas spesifik 0,185 $kJ \cdot kg^{-1} \cdot K^{-1}$, dan konduktivitas panas 12–1000 $W \cdot m^{-1}K^{-1}$ (Sirin, 2009). Silikon Dioksida merupakan kandungan utama dari pasir kuarsa tetapi dibeberapa pantai tropis dan subtropis umumnya dibentuk dari batu kapur. Hanya beberapa tanaman yang dapat tumbuh di atas pasir, karena rongga-rongganya yang besar. (Lesbani, 2011). Gambar 2 merupakan beberapa bentuk pasir kuarsa.

Gambar 2. Pasir kuarsa

Secara umum pasir kuarsa yang ada di alam memiliki kandungan silika dengan persentase 55,30% – 99,87%. Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan oleh peneliti sebelumnya terhadap pasir kuarsa diberbagai daerah di Indonesia. Munasir (2012) melakukan penelitian di daerah Lembang, Tuban, dan Slopeng Jawa Timur menemukan kandungan silika dengan kadar 59 %, 58 % dan 48 % secara berurutan.

Di daerah perairan Batam Utara, kandungan mineral kuarsa (SiO_2) di dalam sedimen permukaan permukaan dasar laut sangat kaya dan kandungan mencapai rata-rata 79,72%. Sedangkan untuk daerah Ketapang Kalimantan Barat kandungan silikanya adalah 98,6% didapatkan oleh Teguh (2009).

3. Manfaat Pasir Kuarsa

Pasir kuarsa salah satu bahan galian yang terdiri atas kristal-kristal silika(SiO_2) yang berwarna putih serta sifat-sifat fisik yang unik. Sehingga keberadaan pasir kuarsa bisa dimanfaatkan dalam dunia perindustrian. Industri yang sangat memanfaatkan pasir kuarsa adalah indusrti semen, gelas dan kaca. Dalam industri semen, dengan kandungan SiO_2 mulai dari 28% -30% bisa dibuat untuk produksi semen keras, semen tahan panas, semen bangunan dan semen tahan asam. Sedangkan untuk semen *Portland* membutuhkan kandungan SiO_2 yang cukup tinggi yaitu 92%. Oleh sebab itu, semen *Portland* memiliki kualitas yang baik dan bagus.

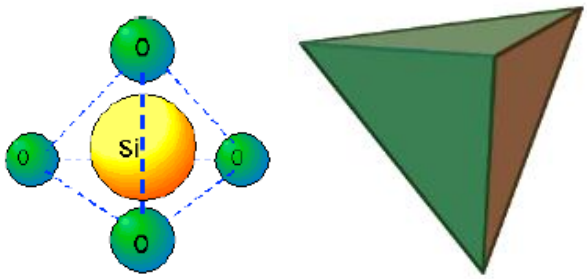
Pemanfaatan pasir kuarsa dalam industri gelas dan kaca syarat kandungan silikanya adalah 34,6%. Selain untuk industri semen, gelas dan kaca pasir kuarsa juga banyak digunakan untuk industri keramik, industri cat sebagai pengisi atau filter, indusrti karet sebagai pengeras, industri gerenda sebagai ampelas, industri logam sebagai penghilang karat, pelapis las, pembersih dan sebagainya dengan persentase 23-28%. Pemanfaatan pasir kuarsa ini sesuai dengan pernyataan Tatang (1996) “endapan pasir kuarsa di Indonesia menunjukkan potensi yang cukup menjanjikan”.

Pasir kuarsa di alam dapat dimanfaatkan secara langsung maupun diolah terlebih dahulu untuk memenuhi tujuan yang diinginkan. Tahap awal pengelolahan pasir kuarsa adalah pencucian yang bertujuan untuk meninggikan kadar silikanya, menghilangkan material pengotor dan memilah ukuran-ukuran tertentu.

B. Silika

1. Struktur silika

Silika memiliki 2 struktur yaitu berupa silika amorf dan kristal. Struktur atomik dari kuarsa dalah tetrahidron yang satu atom silikon dikelilingi empat atom oksigen. Silika yang memiliki empat atom oksigen terikat pada Si yang membentuk akan membentuk tetrahedral seperti terlihat pada Gambar 3. Pada temperatur kamar, satuan tetrahiral dari silika akan tersusun dalam suatu susunan heksagonal dengan kata lain memiliki system kristal berupa heksagonal (Horacio, 2006).

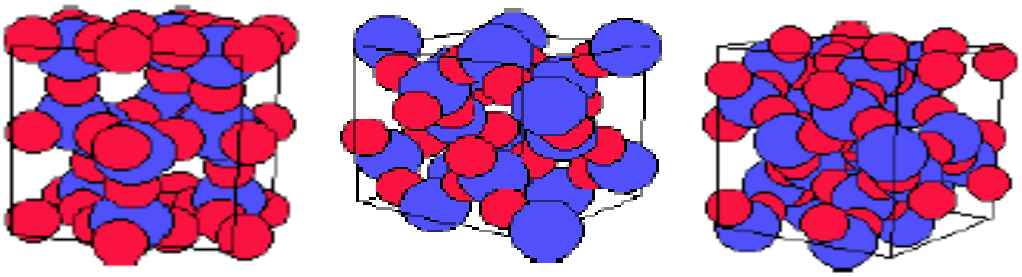


Gambar 3. Struktur kristal silicon dioksida (Rahmawati, 2008)

Pada Gambar 3 terlihat susunan Kuarsa (SiO_2) yang terdiri dari mineral utama silika dan salah satu mineral pembentuk kristal optik. Struktur atomik dari kuarsa

adalah tetrahidron yang satu atom silikon dikelilingi empat atom oksigen. SiO_4 merupakan gelas komersil utama yang berstruktur tetrahedral (Van Vlack, 1995).

SiO_2 mempunyai beberapa struktur Kristal. Struktur jaringan silika dapat dibentuk pada temperatur tinggi. Struktur jaringan silika yang umum ialah kuarsa, tridimit, dan kristobalit. Ketiga dari struktur silika tersebut merupakan perubahan fasa dari stuktur kristal silika. Selain tiga fasa tersebut, silika memiliki beberapa fasa lainnya yang bisa ditemukan. Gambar 4 merupakan fasa dari struktur kristal silika. Sedangkan struktur bersifat ganda dan struktur jaringannya berikatan silang silika dapat berguna untuk pemakaian tertentu karena nilai muainya rendah. Akan tetapi sulit dibentuk karena viskositas tinggi (Van Vlack:1995).



Tridimit Kuarsa Kristobalit

Gambar 4. Bentuk fasa dari kristal silika

Pada Gambar 4 terlihat perbedaan dari bentuk struktur silika. Ketiga Gambar tersebut memiliki perbedaan struktur satu dengan yang lainnya. Berikut Tabel 1 menyatakan beberapa struktur dari system kristal yang dapat dibentuk oleh silika.

Tabel 1. Struktur Kristal Silika

Crystal	Symmetry	Lattice Parameters (Expt.)	(Theory)
α-quartz[23]	Hexagonal	a = 4.9160	5.02(4.89)
	($P3_121$)	c = 5.4054	5.53(5.49)
		u = 0.4697	0.461(0.469)
		x = 0.4135	0.425(0.418)
		y = 0.2669	0.280(0.274)
		z = 0.1191	0.119(0.118)
β-quartz[28]	Hexagonal	a = 5.01	5.17
	(P6222)	c = 5.47	5.73
		u = 0.197	0.217
α-cristobalite[29]	Tetragonal	a = 4.9570	4.96
	(P41212)	c = 6.8903	6.68
		u(Si) = 0.3047	0.330
		x = 0.2381	0.231
		y = 1109	0.140
		z = 0.1826	0.190
β-cristobalite[28]	Cubic	a = 7.16	7.07
	(Fd3m)	u(Si, 1) = 0.255	0.298
		u(Si, 2) = −0.008	0.032
		u(O) = 0.125	0.164
		x = 0.66	0.634
		y = 0.66	0.669
		z = 0.06	0.022
β-tridymite[28]	Hexagonal	a = 5.03	5.37
	(P63/mmc)	c = 8.22	8.75
		u = 0.44	0.438
Stishovite[26]	Tetragonal	a = 4.1801	4.26(4.14)
	(P42/mnm)	c = 2.6678	2.75(2.67)
		u = 0.3062	0.304(0.305)
Fluorite	Cubic	–	a = 4.52(4.53)
Pa3	Cubic	–	a = 4.55(4.43)
	(Pa3)		u = 0.337(0.344)

(Silvi dan D'Arco, 2002)

Pada Tabel 1 terlihat selain *quartz, critobalite* dan *tridymite* juga ditemukan stishovit, fluorit dan Pa3. Masing-masing struktur memiliki parameter kisi yang berbeda didapat dari eksperimen dan didapat secara teori.

2. Pengaruh Temperatur Terhadap Struktur Silika

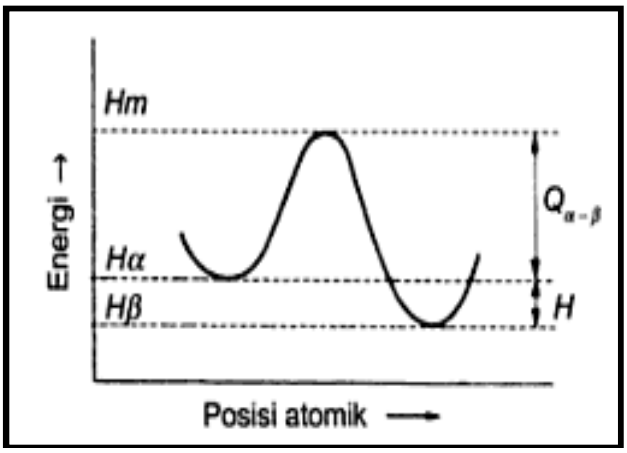
Pada temperatur yang sangat tinggi, struktur kristal dapat tumbuh dengan cepat, namun cacat kristal yang terbentuk juga akan lebih banyak. Parameter kisi dari

kristal akan ikut berubah akibat cacat kristal oleh temperatur tersebut. Akan tetapi jika temperaturnya sangat rendah, maka proses penumbuhan akan terjadi sangat lambat. Bahan yang telah dipanaskan kemudian didinginkan secara perlahan agar atom-atom dalam bahan tersebut dapat tersusun secara teratur menempati kisi-kisinya membentuk suatu kristal. Pergerakan dari atom-atom akan mempengaruhi dari struktur kristal yang telah dipanaskan. Berikut beberapa struktur yang berpengaruh terhadap temperatur:

a. Fasa

Fasa adalah material yang memiliki struktur dan komposisi yang berbeda dari yang lainnya (Van Vlack, 2004). Umumnya dua fasa yang berbeda memiliki perbedaan yang nyata. Jumlah fasa kristalin memiliki cukup banyak kombinasi atom-atomnya atau kelompok-kelompok atom. Fasa amorf relatif sedikit karena tidak memiliki tatanan rentang-panjang dan susunan atomnya tidak jelas. Perbedaan fasa yang terjadi tidak lepas dari pengaruh energi yang dimiliki atom-atom untuk proses difusi.

Pada suatu level energi tertentu (temperatur), atom-atom dapat saling menjauhi. Apabila suatu atom memiliki cukup energi untuk mendobrak ikatanya maka akan terjadi proses difusi (Van Vlack, 1995). Atom-atom yang berdifusi dapat berpindah dari suatu lokasi kisi-fasa α ke kisi fasa b. Perpindahan atom-atom ini dapat terjadi, apa bila atom tersebut memiliki energi untuk melewati hambatan potensial seperti yang ditampilakan pada Gambar 5.

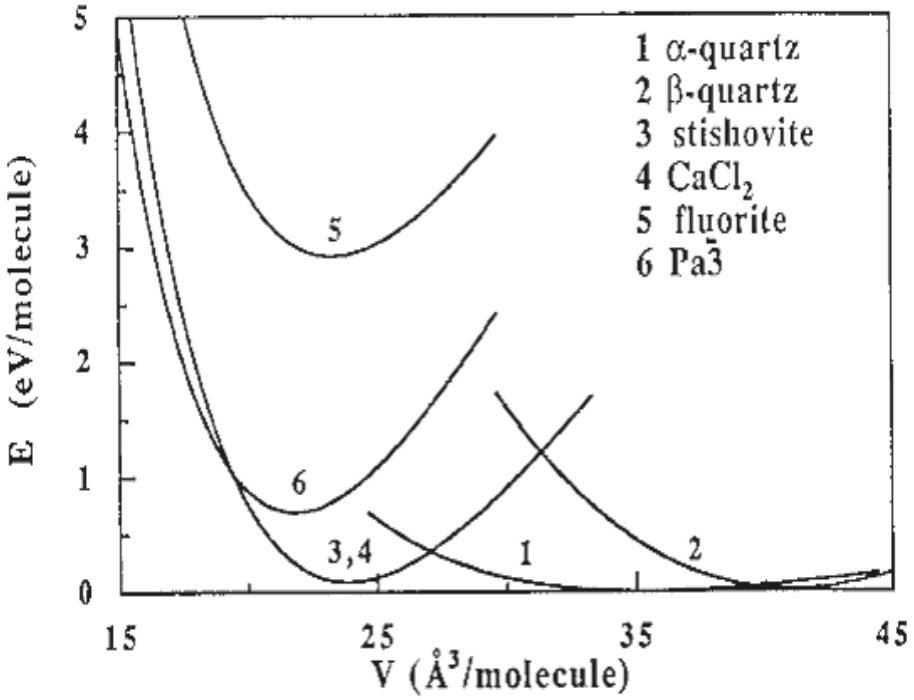


Gambar 5. Hambatan energi yang memisahkan keadaan structural (Smallman, 2000)

Hambatan potensial yang harus dilalui atom diakibatkan oleh gaya interatomik yang bergerak, kelompok atom yang berada didekatnya, dan atom yang berada dilokasi baru. Pada Gambar 5 dapat diketahui bahwa untuk melewati hambatan potensial maka atom harus memiliki energi lebih besar dari energi $Q_{\alpha-\beta}=H_m-H_\alpha$ untuk pemanasan. Jika ini terpenuhi maka atom meninggalkan matriks (struktur lama) dan membentuk nukleus fasa baru yang kecil. Fasa baru kecil ini kemudian tumbuh dan terbentuk fasa baru secara keseluruhan. Apabila suatu material dipanaskan dengan laju pemanasan tetap dan memiliki energi yang cukup untuk difusi maka akan terjadi perubahan fisika seperti perubahan fasa (Smallman, 2000).

Secara teori, temperatur mengakibatkan perubahan fasa pada kristal. Saat tekanan normal kuarsa akan berada pada struktur trigonal *quartz* (*α-quartz*) dan kemudian berubah menjadi hexagonal *β-quartz* pada temperatur 573 ^oC. Ketika temperatur dinaikkan 870 ^oC berubah menjadi *β-tridymite* dengan struktur

hexagonal. Pada saat temperatur dinaikan lagi sampai 1470 ^{o}C stuktur fasanya akan berubah menjadi -*critobalite* cubic sampai diberi temperatur 1705 ^{o}C silika akan mencair (Amir, 2014). Pada Gambar 6 terlihat energi setimbang pada beberapa fasa silika seperti berikut ini:



Gambar 6. Energi kesetimbang pada fasa silika

Pada Gambar 6 terlihat beberapa fasa silika yang memiliki energi setimbang yang berbeda-beda. Terlihat energi yang diperlukan untuk *quartz* berada dalam keaadaan setimbang lebih kecil disbanding energi yang dibutuhkan oleh fasa lain. Untuk melihat perhitungan energinya dapat dilihat pada Tabel 2.

Table 2. Perhitungan energi pada fasa silika .

FASA	Equilibrium Energy (Ev/SiO_2)	$V_O(A^3/SiO_2)$	
		Expt.	theory
α-quartz	0	37.710	37.86
β-quartz	0.017	39.634	41.05
Stishovite	0.086	23.308	22.82
Fluorite	2.914	_	23.29
Pa3	0.699	_	21.82

Pada Tabel 2 diketahui bahwa untuk fasa *α-quartz* energi ekuilibriumnya adalah 0 sehingga dikatakan fasa *α-quartz* tidak memerlukan energi untuk berada dalm keadaan setimbang. Pada Tabel juga terlihat energi yang paling besar dibutuhkan oleh *Fluorite* untuk berada dalam keaadaan setimbang. Sehingga temperatur yang dibutuhkan untuk perubahan *Fluorite* juga tinggi.

Untuk menghitung total energi dalam dari suatu kristal dapat digunakan persamaan berikut ini:

$$\mathbf{U(\beta) = U_{el} + U_{vib}\ (\beta)} \qquad (1)$$

Dimana β = *1/kBT, kB* : Boltzmann constant,

Uel = energi listrik

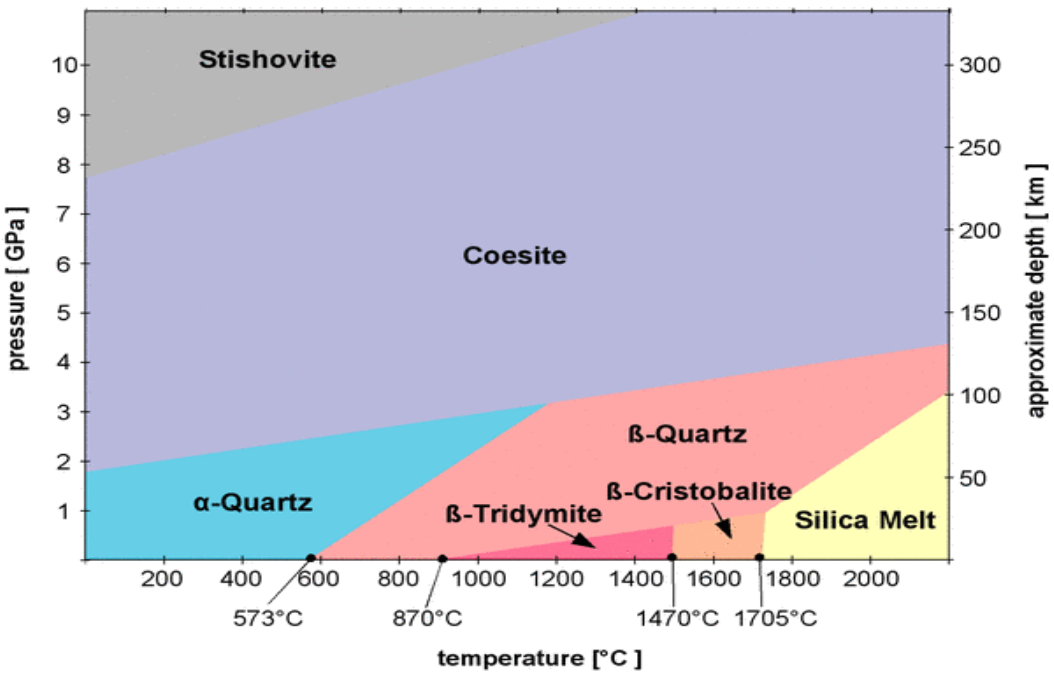
Uvib= energi getar. (Silvi dan D'Arco, 2002)

Pengaruh temperatur terhadap struktur silika juga ditemukan oleh Asmuni (2004) yaitu pada temperatur 28^oC, satuan tetrahiral dari silika tersusun dalam suatu

susunan heksagonal, tetapi pada temperatur 875 ^{o}C kestabilan susunan tertrahidral silika berubah. Struktur temperatur rendah dari silika disebut kuarsa menjadi mineral temperatur tinggi disebut kristobalit. Perubahan dari kuarsa ke tridymit memerlukan perubahan besar dalam susunan kristalnya. Tridymit mengalami dua perubahan pada jangkauan metastabil pada temperature 117 ^{o}C.

Pada keadaan tertentu *tridymite* tidak muncul pada temperatur rendah karena tridymite tidak merupakan bentuk asli dari *β-quartz*. Sehingga tridymite bisa digantikan oleh *β-quartz.* Kemungkinan yang bisa terjadi yaitu pada temperatur 1050^{o}C akan terbentuk *β-critobalite* dengan bentuk kristal *cubic* (Amir, 2014).

Pada penelitian lain, Sirin (2009) mengulas bahwa pada rentang temperatur 600 – 720^{o}C silika memiliki struktur kristal. Saat temperatur 800-900 ^{o}C silika memiliki struktur *quartz* dan ketika temperatur dinaikan menjadi 1000 ^{o}C maka akan berubah menjadi *tridymite* dan kritobalit. Sedangkan, Yusmaniar (2007) menemukan bahwa terjadi perubahan struktur pada temperatur 900 ^{o}C ditandai dengan adanya kristobalit dan tridimit pada silika dalam abu sekam padi. Pada Gambar 7 terlihat diagram fasa SiO_2 untuk melihat perubahan fasa yang terjadi pada silika.



Gambar 7. Diagram fasa SiO_2 (Amir, 2014)

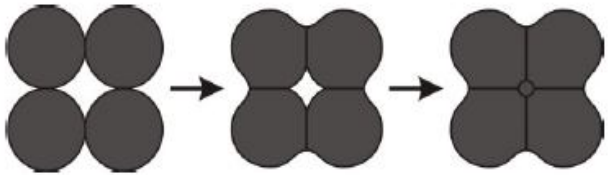
Pada Gambar 7 terlihat terdapat 7 bentuk fasa yang dimiliki oleh silika. Pada temperatur 573^{o}C terjadi perubahan fasa dari *α-quartz* menjadi *β-quartz.* Pada tempeatur 870 ^{o}C berubah fasa *β-tridymite* sampai temperatur tinggi 1470 ^{o}C terbentuk *β-critobalite* sampai temperatur 1708 ^{o}C silika mencapai titik leleh. Pada tekanan tinggi silika hanya memiliki fasa *coesite* dan *stishovite* walaupun dalam keadaan temperatur rendah.

b. Ukuran Butir

Selain temperatur berpengaruh terhadap perubahan fasa, temperatur juga berpengaruh terhadap ukuran butir. Akibat meningkatnya temperatur maka difusi atom juga semakin meningkat, sehingga meningkat pula pembentukan nukleus-

nukleus fasa baru yang sama. Apabila pori-pori sangat kecil maka mereka tidak mampu lagi mengunci batas butir terhadap pengaruh gaya pertumbuhan butir (Smallman, 2000).

Saat proses pemanasan berlangsung terjadi penggabungan partikel-partikel serbuk melalui peningkatan ikatan antar partikel yang berdekatan pada saat suhu meningkat. Dalam proses pemanasan, temperatur sangat perlu diperhatikan karena akan mempengaruhi kualitas kristal yang terbentuk. Pada peristiwa penghilangan pori-pori antara partikel bahan, saat bersamaan terjadi penyusutan komponen, dan diikuti oleh pertumbuhan grain serta peningkatan ikatan antar partikel berdekatan, sehingga menghasilkan bahan yang lebih rapat (Ramlan, 2011). Peristiwa tersebut dapat dilukiskan seperti pada Gambar 8.



Gambar 8. Perubahan struktur mikro saat pemanasan

Pada Gambar 8 terlihat Antara nukleus-nukleus ini terdapat batas butir yang memisahkannya serta dipisahkan dengan pori-pori. Ketika temperatur dianaikkan secara terus menerus, menyebabkan terjadi pengecilan/penghilangan pori-pori tesebut (Ramlan, 2011). Temperatur pemanasan yang terus meningkat mengakibatkan ukuran butir semakin kecil (Surahmat, 2009). Pernyataan tersebut juga dikuatkan dalam

penelitian Chandrasekar (2007) yang menemukan bahwa ukuran butir semakin kecil akibat pertambahan temperatur.

Pada pola difraksi Sinar-X, temperatur yang diberikan akan mempengaruhi hasil pola difraksi begitu juga dengan sudut difraksinya. Selain temperatur, Penggerusan yang dilakukan terhadap bahan juga akan menyebabkan terjadi pergeseran sudut puncak difraksi (*Bragg angles*) pada pola difraksi. Pergeseran yang terjadi yaitu sudut difraksi menjadi lebih besar. Semakin lama bahan digiling maka sudut puncak difraksi semakin besar. Selama proses penggerusan akan mengubah sampel dengan ukuran butir yang besar menjadi bentuk serbuk yang memiliki ukuran butir kecil (Yunasfi, 2002). Dalam penelitian sebelumnya terhadap abu tongkol jagung menemukan ukuran butir dari silika yang terkecil terdapat pada temperatur 1100^0C yaitu 11,38 nm dan ukuran butir paling besar terdapat pada temperatur 1000^0C yaitu 40,83 nm (Yoza, 2013).

Untuk mengetahui ukuran butir dari pola difraksi dapat menggunakan perhitungan berikut ini:

$$\mathbf{D = 0.9\,\lambda / \beta\,Cos\,\theta} \qquad (2)$$

Keterangan: **D** : Ukuran butir

: panjang gelombang

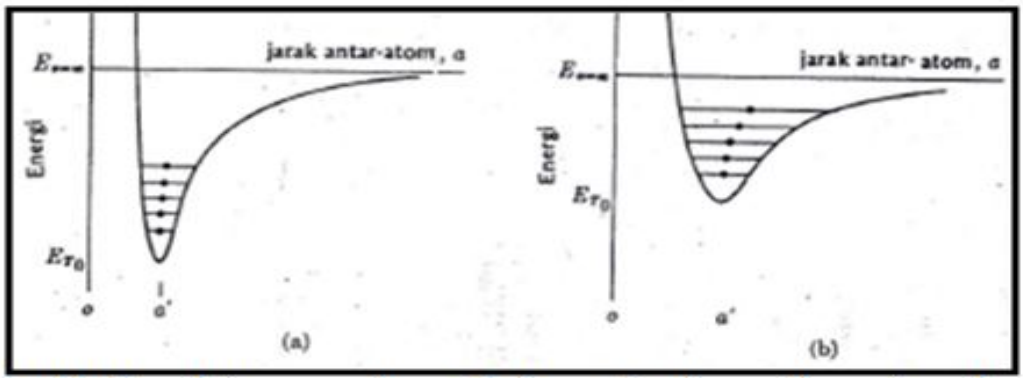
θ : sudut difraksi

β : lebar puncak (Cullity, 1956)

Berdasarkan rumus tersebut dapat ditentukan pengaruh perubahan ukuran butir yang terjadi. Variasi temperatur berpengaruh terhadap ukuran butir kristal, pengaruh temperatur terhadap ukuran butir.

c. Parameter Kisi

Temperatur kalsinasi selain mengakibatkan perubahan dalam kristalografi dan struktur mikro dari silika. Berubahnya fasa dan struktur dari material akibat temperatur disebabkan karena ketika suatu material dipanaskan maka akan terjadi peningkatan energi memungkinkan atom-atom bergetar pada jarak antar atom yang lebih besar. Hal ini dapat dilihat pada Gambar 9.



Gambar 9. Energi dan pemuaian, a. Bahan padat dengan ikatan kuat dan b. Bahan padat dengan ikatan lemah (Van Vlack, 1995)

Pada Gambar 9 memperlihatkan bagaimana pengaruh energi terhadap jarak antar atom, semakin besar energi yang diberikan maka jarak antar atom akan semakin menjauh. Berubahnya jarak antar atom maka akan mempengaruhi parameter kisi dari material.

Pengaruh energi terhadap jarak antar atom, semakin besar energi yang diberikan maka jarak antar atom akan semakin menjauh. Berubahnya jarak antar atom maka akan mempengaruhi struktur dari material. Hal ini terlihat pada pemanasan silika dengan temperatur 300^0C struktur yang terbentuk adalah kubik namun pada temperatur 800^0C struktur yang terbentuk adalah heksagonal (Hanna, 2013). Struktur dari parameter kisi yang mungkin terjadi perubahannya adalah unit cell, grup ruang dan sistem kristalnya.

Pada temperatur kamar, satuan tetrahiral dari silika tersusun dalam suatu susunan heksagonal, tetapi pada temperatur 875 ^{o}C kestabilan susunan tertrahidral silika berubah (Asmuni,2004). Fairus (2009) mengatakan bahwa bahan *Silica glass* memiliki struktur Kristal *amorf* pada temperatur 500-600 ^{o}C. Pada rentang temperatur 600 – 720^{o}C silika memiliki struktur kristal. Silica memiliki struktur hexagonal serta memiliki fasa yang berbeda-beda tergantung dari temperatur yang diberikan.

Silvi dan D'Arco (2002) mengemukakan perubahan yang terjadi pada parameter kisi untuk *quartz* dengan a=b=4.9160, c=5.4054, grup ruang P3121 dan sistem kristal hexagonal. Untuk *cristobalite* parameter kisinya yaitu a=b=c= 7.16, dengan sistem kristal *cubic* dan grup ruang Fd-3m. *Cristoblite* yang bermula berstruktur kubik berubah pada temperatur 1100^0C menjadi tetragonal.

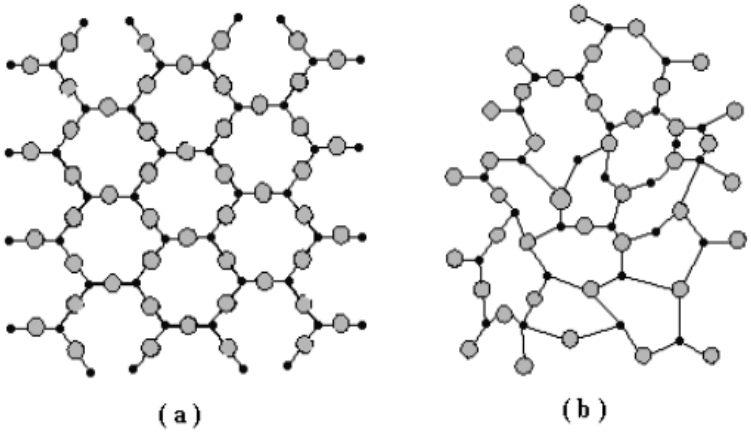
C. Kristal

1. Struktur Kristal

Kristal terbentuk dari komposisi atom-atom, ion-ion atau molekul molekul zat padat yang memiliki susunan berulang dan jarak yang teratur dalam tiga dimensi. Pada hubungan lokal yang teratur, suatu kristal harus memiliki rentang yang panjang pada koordinasi atom-atom atau ion dalam pola tiga dimensi sehingga menghasilkan rentang yang panjang sebagai karakteristik dari bentuk kristal tersebut.

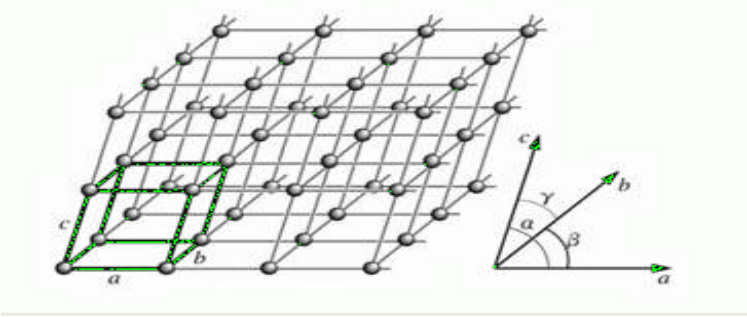
Ditinjau dari struktur atom penyusunnya, bahan padat dibedakan menjadi tiga yaitu kristal tunggal (*monocrystal*), polikristal (*polycrystal*), dan *amorf*. Pada kristal tunggal, atom atau penyusunnya mempunyai struktur tetap karena atom-atom atau molekul-molekul penyusunnya tersusun secara teratur dalam pola tiga dimensi dan pola-pola ini berulang secara periodik dalam rentang yang panjang tak berhingga. Polikristal dapat didefinisikan sebagai kumpulan dari kristal-kristal tunggal yang memiliki ukuran sangat kecil dan saling menumpuk yang membentuk benda padat (Dadi, 2011).

Struktur *amorf* menyerupai pola hampir sama dengan kristal, akan tetapi pola susunan atom-atom, ion-ion atau molekul-molekul yang dimiliki tidak teratur dengan jangka yang pendek. Amorf terbentuk karena proses pendinginan yang terlalu cepat sehingga atom-atom tidak dapat dengan tepat menempati lokasi kisinya. Bahan seperti gelas, nonkristalin ataupun vitrus yaitu memiliki struktur yang identik dengan *amorf* .Susunan dua-dimensional simetris dari dua jenis atom yang berbeda antara kristal dan *amorf* ditunjukan pada Gambar 10.



Gambar 10. Struktur kristal a) struktur Kristal yang memiliki susunan teratur. b) merupakan struktur amorf yang susunan atomnya tidak teratur (Smallman, 2000).

Zat padat dikatakan berstruktur kristal jika atom-atom penyusunnya tertata secara teratur dan periodik seperti terlihat pada Gambar 10. Susunan khas atom-atom dalam kristal disebut struktur kristal. Struktur kristal dibangun oleh sel satuan (*unit cell*) yang merupakan sekumpulan atom yang tersusun. Secara khusus, secara periodik berulang dalam tiga dimensi dalam suatu kisi kristal (*crystal lattice*). Gambar kisi kristal ditunjukkan pada Gambar 11 (Meilina, 2007).



Gambar 11. Titik kisi dalam kristal (Meilina, 2007)

Sumbu-sumbu *a, b,* dan *c* adalah sumbu-sumbu yang dikaitkan dengan parameter kisi kristal. Untuk α, β, dan γ merupakan sudut antara sumbu-sumbu referensi kristal. Menurut anggapan Bravais (1848), berdasarkan kisi bidang dan kisi ruang kristal mempunyai 14 kisi dan berdasarkan perbandingan sumbu-sumbu kristal dan hubungan sudut satu dengan sudut yang lain, kristal dikelompokkan menjadi 7 sistem kristal.

2. Sistem Kristal

Kisi dapat dikatakan sebagai susunan sejumlah besar sel satuan yang susunannya sama, letaknya berdampingan satu sama lainnya, seperti tumpukan keping batu bata. Ada dua jenis kisi Bravais dan kisi non Bravais. Kisi bravais adalah kisi yang semua titik kisinya sama atau equivalen. Sedangkan dalam kisi non bravais, beberapa titik kisinya tidak sama. Semua konsep dasar mengenai kristal padat dideskripsikan oleh kisi Bravais, yang menentukan susunan periodik dengan unit kristal yang berulang secara teratur. Berdasarkan parameter kisi maka berbagai sel satuan dapat digolongkan dalam 7 sistem kristal dan 14 sistem bravais yang terdapat pada Tabel 3.

Tabel 3. Tujuh sistem kristal dan empat belas kisi Bravais (VanVlack, 2004)

Sistem Kristal	**Parameter**	**Simple (P)**	**Volume centered (I)**	**Base centered (C)**	**Face centered (F)**
Triklinik	$a \neq b \neq c$ $\alpha \neq \beta \neq \gamma \neq 90°$	P			
Monoklinik	$a \neq b \neq c$ $\alpha = \gamma = 90° , \neq \beta$	P	I		
Ortorombik	$a \neq b \neq c$ $\alpha = \beta = \gamma = 90°$	P	I	C	F

Tetragonal	$a = b \neq c$ $\alpha = \beta = \gamma = 90°$	p	I		
Trigonal Rombohedral	$a = b = c$ $\alpha = \beta = \gamma \neq 90°$	P			
Hexagonal	$a = b \neq c$ $\alpha = \beta = 90°$, $\gamma = 120°$	P			
Kubus	$a = b = c$ $\alpha = \beta = \gamma = 90°$	P	I		F

3. Bidang Kristal

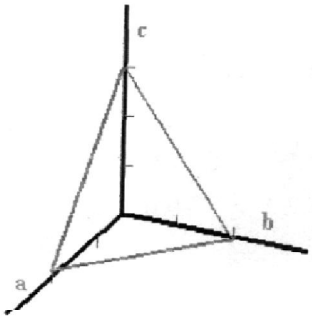
Suatu kristal tentunya memiliki bidang-bidang atom yang mempengaruhi sifat dan perilaku bahan. Baik bidang, maupun arah bidang dinyatakan dalam 3 angka yang disebut sebagai *indeks miller*. Berikut adalah cara penulisan bidang kristal:

1) Untuk arah bidang digunakan simbol atau lambang [h, k, l]. Contoh :[1,1,1]
2) Untuk bidang kristal digunakan lambang (h, k, l). Contoh : (1, 1, 1)

Bidang kisi yang paling mudah diGambarkan adalah bidang-bidang yang membatasi sel satuan di samping bidang lainnya. h, k, l, tersebut adalah bilang-bilangan bulat seperti 0, 1, 2, 3, dan seterusnya (Van Vlack, 1995).

4. Indek Miller

Dalam sistem tiga dimensi, kisi kristal akan membentuk pasangan bidang-bidang sejajar dan berjarak sama yang disebut bidang-bidang kisi. Bidang-bidang kisi inilah yang akan menentukan arah permukaan dari suatu kristal. Arah suatu bidang dapat dinyatakan dengan parameter numeriknya. Indeks Miller merupakan harga kebalikan dari parameter numerik yang dinyatakan dengan simbol (*h k l*)seperti Gambar 12 .



Gambar 12. Perpotongan bidang dan sumbu (Van Vlack, 2004)

Pada Gambar 12 secara umum perpotongan bidang dengan sumbu dinyatakan dengan *2a, 2b,* dan *3c* sehingga parameter numeriknya adalah 2, 2, 3 dan indeks Miller dari bidang di bawah adalah:

(hkl) = h :k : l = ½ : ½ : 1/3.

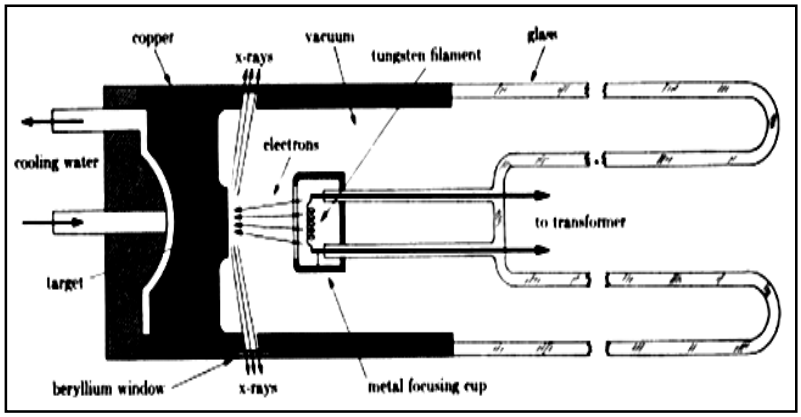
(hkl) = (1/2 ½ 1/3) atau (3 3 2)

D. *X-Ray Diffraction* (XRD)

1. Sinar X

Sinar-X adalah gelombang elektromagnetik yang memiliki frekuensi tinggi panjang gelombang 1 Angstrong (10^{-10} m). Sinar-X ditemukan oleh Wilhelm Konred Roentgent pada tahun 1895 di Universitas Worzburg jerman. Di tempat ini pada tanggal 8 November 1895 ia mendapatkan bahwa sehelai kertas yang dilapisi barium platinocyanide berkilau jika ia menghidupkan tabung sinar katode di dekatnya, walaupun tabung itu ditutup dengan papan hitam.

Dalam tabung katode elektron dipercepat dalam vakum oleh medan listrik. Tumbukan elektron dengan gelas pada ujung tabung inilah yang menimbulkan Sinar-X (dinamai x karena sifatnya belum diketahui) yang mempunyai daya tembus yang menimbulkan kilauan pada garam tersebut. Setelah penemuan itu, Sinar-X digunakan secara meluas dalam bidang kedokteran dan merangsang penelitian dalam arah baru. (Arthur Beiser, 1987). Skema tabung Sinar-X dapat dilihat pada Gambar 13.



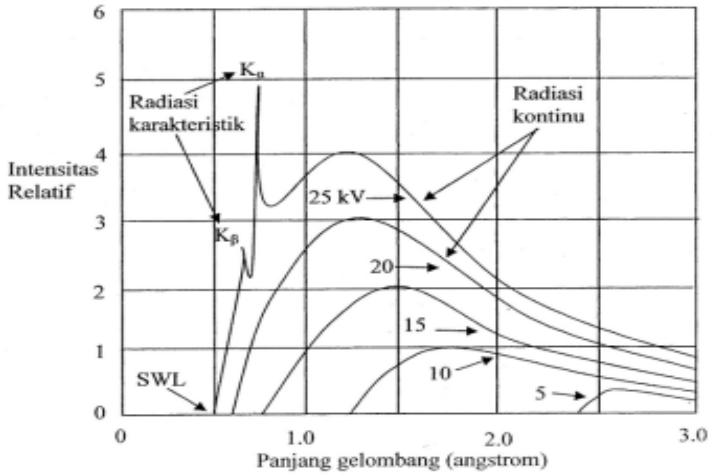
Gambar 13. Skema tabung Sinar-X (Cullity,1956)

Berdasarkan Gambar 13 Sinar-X dihasilkan di dalam suatu tabung sinar katode dengan pemanasan kawat pijar untuk menghasilkan elektron-elektron, kemudian elektron-elektron tersebut dipercepat terhadap suatu target (anoda) dengan memberikan suatu voltase (sumber tegangan yang normal digunakan adalah 30-50 kV), dan menembak target dengan elektron. Ketika elektron mempunyai energi yang cukup untuk mengeluarkan elektron-elektron dalam target , karakteristik spektrum Sinar-X dihasilkan. Menurut Cillity (1956), dalam tabung Sinar-X harus terdiri

beberapa komponen utama yaitu: sebuah sumber elektron (katoda), sebuah tegangan tinggi untuk mempercepat elektron dan logam target (anoda).

Ada dua cara utama untuk memproduksi Sinar-X. Cara pertama adalah dengan memberikan percepatan kepada partikel bermuatan listrik. Partikel yang bermuatan listrik yang dipercepat akan memancarkan gelombang elektromagnetik, peristiwa ini disebut *bremmstrahlung*. Panjang gelombang yang dipancarkan dalam peristiwa ini bermacam-macam, tetapi ada panjang gelombang minimum (frekuensi maksimum) yang dapat dihasilkan. Nilai ini bergantung pada energi partikel yang dipercepat (Abdullah, 2008).

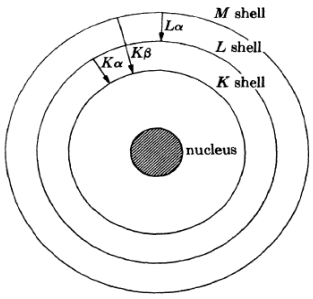
Dalam teori elektromagnetik klasik meramalkan timbulnya *bremstrahlung* (radiasi pengereman) ketika elektron dipercepat, sehingga dapat menjelaskan sinar x yang terpancar ketika elektron dipercepat terhenti pada target dalam tabung sinar x. (Beiser,1987). Pada Gambar 14 adalah Gambar spectrum radiasi sinar x.



Gambar 14. Spektrum Sinar-X molybdenum (Cullity, 1956)

Gambar 14 memperlihatkan jenis kurva yang diperoleh dari spektrum Sinar-X. Intensitas nol sampai panjang gelombang tertentu disebut dengan *short-wavelength limit* (λSWL). 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 garis. Spektrum kontinu mempunyai jarak panjang gelombang yang lebar sedangkan spektrum garis merupakan karakteristik dari logam yang ditembak (Smallman, 2000). Spektrum Sinar-X kontinu diakibatkan perlambatan elektron dengan cepat ketika mengenai target atau dikenal dengan peristiwa *bremsstrahlung*. Sedangkan spektrum karakteristik terjadi apabila elektron terakselerasi mempunyai cukup energi untuk mengeluarkan satu elektron dalam dari kulitnya.

Disamping melalui proses *bremmstrahlung* cara yang kedua untuk menghasilkan Sinar-X adalah melalui transisi elektron antar kulit atom logam masa menengah. Atom-atom dengan nomor atom sekitar 28-30 seperti tembaga memiliki tingkat-tingkat energi elektron sedemikian sehingga beda energi antar tingkat berdekatan sama dengan energi foton Sinar-X. Sifat tingkat energi yang demikian menjadikan material logam dari unsur tersebut dimanfaatkan untuk menghasilkan Sinar-X (Abdullah, 2008). Gambar 15 berikut ini adalah transisi electron yang terjadi saat radiasi.



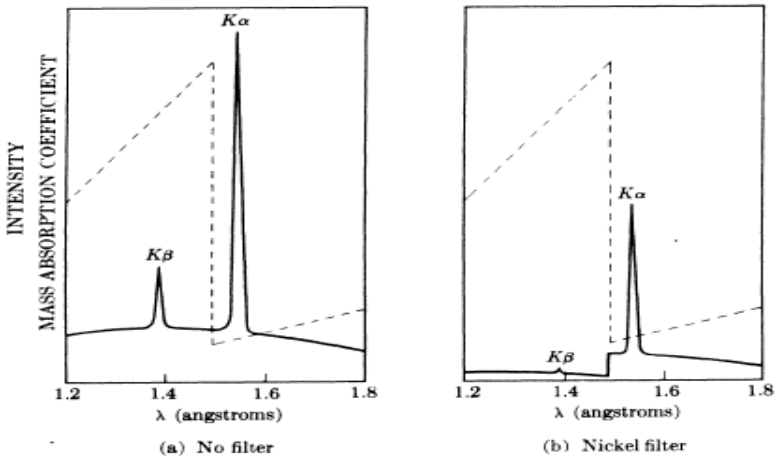
Gambar 15. Transisi elektron (Cullity,1956)

Gambar 15 menampilkan apabila elektron mengalami transisi dari kulit yang berdekatan misalnya dari kulit L ke kulit K maka radiasi emisi ini disebut radiasi Kα sedangkan bila elektron mengalami transisi dari kulit M ke kulit K maka radiasi emisinya disebut radiasi disebut Kβ.

Dalam penggunaannya diperlukan Sinar-X yang monokromatik, namun pada kenyataannya eksitasi Kα dan Kβ muncul bersama-sama. Ketika Sinar-X dilewatkan pada bahan maka Sinar-X tersebut akan ditransmisikan dan ada yang diabsorbsi sesuai dengan persamaan:

$$I_x = I_o\, e^{-\mu x} \qquad (3)$$

Dimana I_o adalah intensitas awal Sinar-X, I_x adalah intensitas transmisi Sinar-X setelah melewati bahan dengan ketebalan x, μ adalah koefisien absorbsi linear yang bergantung pada panjang gelombang Sinar-X dan jenis material pengabsorbsi. Pada Gambar 16 merupakan perbandingan reaksi Cu menggunakan filter dan tanpa filter.



Gambar 16. Perbandingan radiasi Cu dengan filter dan tanpa filter (Cullity, 1956)

Gambar 16 memperlihatkan radiasi yang keluar dari Pembangkit sinar x, tidak hanya radiasi Kα yang kuat tetapi juga ada radiasi Kβ 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 mengabsorbsi radiasi Kβ yang lemah dan radiasi Kα yang cukup kuat akan diteruskan sehingga hasil yang keluar sinar x menjadi monokromatik (Cullity, 1956).

2. Proses *X-ray Diffraction* (XRD)

Difraksi sinar X oleh sebuah material terjadi akibat dua fenomena:

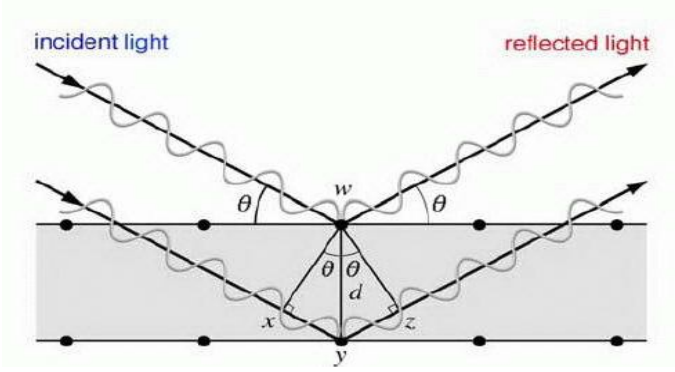
a. Hamburan oleh tiap atom.
b. Interferensi gelombang–gelombang oleh tiap atom–atom tersebut. Interferensi ini terjadi karena gelombang-gelombang yang dihamburkan

oleh atom memiliki koherensi dengan gelombang datang dan demikian pula dengan mereka sendiri.

Menurut Cullity (1956), Metode *Diffraction* bisa terjadi ketika Hukum Bragg $\lambda = 2d \sin\theta$ terpenuhi. Persamaan ini menaruhkan kondisi yang sangat kuat pada panjang gelombang (λ) dan sudut (θ) untuk beberapa Kristal yang disajikan. *X-Ray Diffraction* merupakan suatu teknik yang digunakan untuk mengidentifikasi adanya fasa kristalin di dalam material-material benda dan serbuk untuk menganalisis sifat-sifat struktur kristal. Metode ini menggunakan sebuah Sinar-X yang terdifraksi seperti sinar yang direfleksikan dari setiap bidang, berturut-turut dibentuk oleh atom-atom kristal dari material tersebut. Dengan berbagai sudut timbul yang digunakan, pola difraksi yang terbentuk menyatakan karakteristik dari sampel. Susunan ini diidentifikasi dengan membandingkannya dengan sebuah *database* internasional

Struktur material baik kristal maupun nonkristal akan dapat diketahui dengan menggunakan *X-Ray Diffraction* atau difraksi Sinar-X. Difraksi Sinar-X merupakan salah satu teknik yang biasa digunakan dalam mengkarekterisasi material dan penentuan jenis mineral pada material. Sebab difraksi adalah penyebaran atau pembelokan gelombang pada saat gelombang ini melintas melalui bukaan atau mengelilingi ujung penghalang. Difraksi Sinar-X merupakan ukuran panjang gelombang Sinar-X yang tidak berbeda jauh dengan jarak antar atom di dalam sebagian kristal, dan pola berulang kisi kristal berfungsi seolah-olah seperti kisi difraksi untuk Sinar-X dalam sebuah spektrometer.

Teknik difraksi Sinar-X dapat digunakan untuk analisis kualitatif karena setiap unsur atau senyawa mempunyai pola difraksi tertentu, dengan demikian jika pola unsur atau senyawa tersebut diketahui, maka unsur atau senyawa tersebut dapat diidentifikasi. Hasil difraksi serbuk dengan difraktometer adalah berupa pola difraksi yang berisi data intensitas dan sudut difraksinya. Jarak antar bidang dapat dihitung dengan hukum Bragg. Karena sangat banyak sekali unsur atau senyawa anorganik yang telah ditemukan, maka pola-pola difraksinya telah tersedia dan telah dikelompokkan. Skema proses difraksi dapat dilihat pada Gambar 17.



Gambar 17. Difraksi bidang kisi (Arthur Beiser, 1992)

Menurut Amilius, dkk (1999) menyatakan bahwa berkas sinar terdifraksi didefenisikan sebagai berkas sinar yang terdiri dari sejumlah besar berkas sinar terhambur yang saling memperkuat. Jika Sinar-X didatangkan pada permukaan suatu kristal, maka sinar tersebut akan dipantulkan. Pemantulan ini terjadi apabila panjang gelombang Sinar-X lebih kecil daripada 2 kali jarak antara bidang pemantulan dalam kisi kristal yang dimaksud. Hal ini disebabkan karena difraksi tergantung pada struktur dan panjang gelombangnya.

Gambar 17 menunjukkan bila seberkas Sinar-X (dengan panjang gelombang adalah lamda λ) tiba pada sebuah permukaan kristal yang lapisan atom-atom atau ionnya terpisahkan sejauh d. Jarak tegak lurus untuk masing-masing bidang (d) adalah sama, sebab bidang-bidang yang sejajar pada kristal memiliki *indeks miller* yang sama. Panjang jarak antar sektor AA' dan BB' untuk setiap sinar tampak dibedakan dengan nilai yang diketahui dan dijadikan sebagai kelipatan (n) dari panjang gelombang (λ), sehingga jarak tempuh dari sinar datang yang saling menguatkan yang karena fasanya sama adalah :

$$\delta = n\lambda \tag{4}$$

Atom w yang terdapat pada kristal akan menghamburkan seberkas Sinar-X yang datang menumbuk suatu material kristal. Kemudian sinar datang berikutnya akan dihamburkan oleh atom y. Dalam proses penghamburan sinar ini harus menempuh jarak sepanjang xy + yz, sehingga panjang jarak tempuh sinar datang ini dapat dirumuskan menjadi:

$$\delta = xy + yz = 2\,yz \tag{5}$$

Dengan menggunakan perumusan trigonometri dasar didapatkan bahwa:

$$yz = wy \sin\theta \tag{6}$$

Dimana $wy = d$, sehingga persamaan (5) menjadi

$$xy + yz = 2\,d \sin\theta \tag{7}$$

Dari persamaan (4) telah diketahui bahwa jarak tempuh sinar datang adalah $\delta = n\,\lambda$, maka persamaan (4) dapat dikonversikan dengan persamaan (7) sehingga didapatkan persamaan sebagai berikut:

$$n\,\lambda = 2\,d\sin\theta \tag{8}$$

Atau didapatkan persamaan

$$d = \frac{\lambda}{2\sin\theta} \tag{9}$$

Persamaan ini yang dikenal sebagai Hukum Bragg, yaitu perumusan matematika tentang persyaratan yang harus dipenuhi agar berkas Sinar-X yang dihamburkan tersebut merupakan berkas difraksi.

Kristalinitas dapat juga ditentukan dengan XRD melalui pembandingan intensitas atau luasan peak sampel dengan intensitas atau luasan peak standar yang ditunjukkan pada persamaan berikut:

$$\textit{Kristalinitas} = \frac{intensitas\ peak\ HKL\ sampel}{intensitas\ peak\ HKL\ standar}\ \text{x100 \%} \tag{10}$$

Lebar *peak* XRD adalah merupakan fungsi dari ukuran partikel, maka ukuran kristal (*D*) dinyatakan dalam Persamaan Scherrer berikut (Abdullah, 2008):

$$\text{D} = \text{K}\,\frac{\lambda}{B\cos(\theta_B)} \tag{11}$$

Dengan D adalah ukuran (diameter) kristalin, λ (lamda) adalah panjang gelombang pada 1.54 Å, θ_B adalah sudut Bragg, B adalah FWHM satu puncak yang dipilih, dan

K adalah konstanta material yang nilainya kurang dari satu. Nilai yang umumnya dipakai untuk $K \approx 0{,}9$. Bentuk lebih umum lagi adalah menggunakan parameter *B* bukan sebagai FWHM dari puncak difraksi, tetapi menggunakan *B* dari persamaan Warren, yaitu:

$$B = \sqrt{FWHM_{sp}{}^2 - FWHM_{st}{}^2} \qquad (12)$$

Dengan $FWHM_{sp}$ adalah lebar puncak difraksi sampel pada setengah maksimum dan $FWHM_{st}$ adalah lebar puncak difraksi Kristal yang sangat besar yang lokasi puncaknya berada di sekitar lokasi puncak sampel yang akan dihitung. Tetapi, umumnya $FWHM_{st}$ sangat kecil sehingga persamaan (12) dapat dianggap sebagai aproksimasi yang cukup baik (Abdullah, 2008).

Arah berkas yang di pantulkan oleh atom dalam kristal ditentukan oleh geometri dari kisi kristal yang bergantung pada orientasi dan jarak bidang kristal. Suatu kristal yang memiliki simetri kubik ($a = b = c$, $\alpha = \beta = \gamma = 90°$) 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 berikut:

$$\frac{1}{d^2} = \frac{h^2+k^2+l^2}{a^2} \qquad (13)$$

Dengan menerapkan hukum Bragg dari Persamaan (9) dan mensubtitusikan ke Persamaan (13), sehingga diperleh persamaan:

$$\frac{4sin^2\theta}{\lambda^2} = \left(\frac{h^2 + k^2 + l^2}{a^2}\right) \qquad (14)$$

$$sin^2\theta = \frac{\lambda^2}{4a^2}(h^2 + k^2 + l^2) \quad (15)$$

a, *b*, dan *c* adalah parameter kisi dan *h k l* adalah indeks untuk menyatakan arah bidang kristal (indeks miller). Dari Persamaan (13), parameter kisi dan kristal dapat ditentukan. Untuk menentukan parameter kisi *a* = *b* = *c*, akan diperoleh persamaan :

$$sin^2\theta . 4a^2 = \lambda^2(h^2 + k^2 + l^2) \quad (16)$$

$$a = \frac{\lambda^2}{\sin\theta}\sqrt{\left(\frac{h^2 + k^2 + l^2}{4}\right)} \quad (17)$$

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 inter atomik 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.

Untuk menentukan Jarak antar bidang-bidang kristal (hkl) pada ke tujuh kisi Bravais jika teridentisikasi sistem kristal pada bahan maka dapat menggunakan persaman persamaan sebagai berikut (Cullity, 1956):

1) Kubik

$$\frac{1}{d^2} = \frac{h^2 + k^2 + l^2}{a^2} \quad (18)$$

2) Rombohedral

$$\frac{1}{d^2} = \frac{(h^2 + k^2 + l^2)sin^2\alpha + 2(hk + kl + hl)(cos^2\alpha)}{a^2(1 - 3cos^2\alpha + 2cos^3\alpha)} \quad (19)$$

3) Tetragonal

$$\frac{1}{d^2} = \frac{h^2 + k^2}{a^2} + \frac{l^2}{c^2} \quad (20)$$

4) Orthorombik

$$\frac{1}{d^2} = \frac{h^2}{a^2} + \frac{k^2}{b^2} + \frac{l^2}{c^2} \quad (21)$$

5) Monoklinik

$$\frac{1}{d^2} = \frac{1}{sin^2\beta}\left(\frac{h^2}{a^2} + \frac{k^2 sin^2\beta}{b^2} + \frac{l^2}{c^2} - \frac{2hl\ cos\ \beta}{ac}\right) \quad (22)$$

6) Heksagonal

$$\frac{1}{d^2} = \frac{4}{3}\left(\frac{h^2 + hk + l^2}{a^2}\right) + \frac{l^2}{c^2} \quad (23)$$

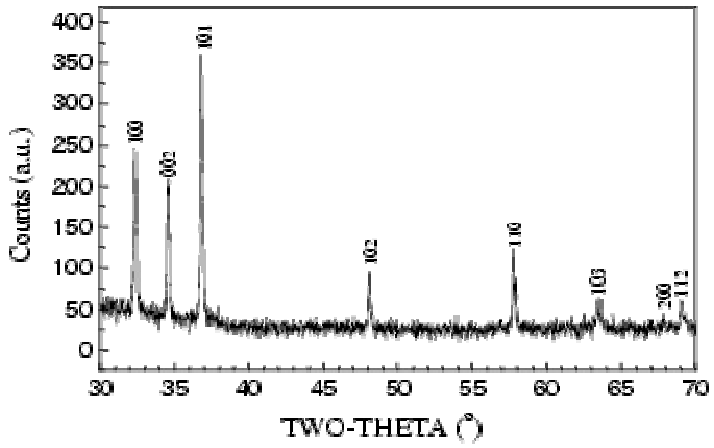
7) Trikinik

$$\frac{1}{d^2} = \frac{1}{v^2}(S_{11}h^2 + S_{22}k^2 + S_{33}l^2 + 2S_{12}hk + 2S_{23}kl + 2S_{13}hl) \quad (24)$$

Dengan V = volume satuan sel

$$S_{11}=b^2c^2\sin^2\alpha \qquad S_{12}=abc^2(\cos\alpha\cos\beta-\cos\gamma)$$
$$S_{22}=a^2c^2\sin^2\beta \qquad S_{23}=a^2bc(\cos\beta\cos\gamma-\cos\alpha) \qquad (25)$$
$$S_{33}=a^2b^2\sin^2\gamma \qquad S_{12}=ab^2c(\cos\gamma\cos\alpha-\cos\beta)$$

Keluaran dari *diffractometer* itu bisa dalam bentuk data analog maupun data digital. Perekaman berupa garis-garis grafik memiliki kecepatan dalam millimeter/ menit. Garis-garis tersebut disingkronkan dengan detektor dalam derjat 2θ per menit. Pembelokan Sinar-X yang direkam dengan mudah dikonfirmasikan dalam jarak antar bidang (d) dengan mengaplikasikan hukum Bragg's. Difraktometer juga memiliki perhitungan secara digital yang bisa merekam secara benar intensitas Sinar-X dalam jumlah per detik (Hardy dan Tucker, 1991). Pada Gambar 18 memperlihatkan ada material yang bersifat kristal maupun *amorf*. Pola difraktogram yang dihasilkan berupa deretan puncak-puncak difraksi dengan intensitas relatif bervariasi sepanjang nilai 2θ tertentu.



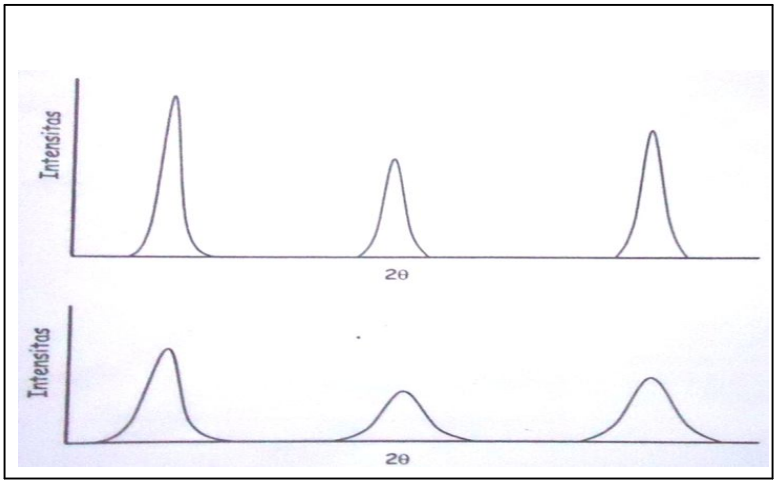
Gambar 18. Tampilan hasil spectrum X-ray Diffractometer

Puncak-puncak yang teridentifikasi mewakili setiap bidang kristal tertentu. Untuk mengetahui fasa dan struktur material yang diamati dapat dilakukan dengan cara sederhana, yaitu dengan cara membandingkan nilai *d* yang terukur dengan nilai *d* pada data standar. Data standar dapat diperoleh melalui *Joint Committee of Powder Difraction Standart* (JCPDS) atau dengan hanawalt.

Besarnya intensitas relatif dari deretan puncak-puncak tersebut bergantung pada jumlah atom atau ion yang ada, dan distribusinya di dalam sel satuan material tersebut. Pola difraksi setiap padatan kristalin sangat khas, yang bergantung pada kisi kristal, unit parameter dan panjang gelombang Sinar-X yang digunakan. Dengan demikian, sangat kecil kemungkinan dihasilkan pola difraksi yang sama untuk suatu padatan kristalin yang berbeda.

Berdasarkan persamaan Bragg jika seberkas Sinar-X dijatuhkan pada sampel (kristal) maka bidang kristal itu akan membiaskan Sinar-X yang memiliki panjang gelombang sama dengan jarak antar atom dalam kristal tersebut. Makin banyak bidang kristal yang terdapat dalam sampel makin kuat intensitas pembiasan yang dihasilkan. Tiap puncak yang muncul pada pola *X-ray Diffraction* mewakili satu bidang kristal yang memiliki orientasi tertentu (Abdullah, 2008).

Berdasarkan metode ini makin kecil ukuran kristal maka makin lebar puncak difraksi yang dihasilkan. Kristal yang berukuran besar dengan satu orientasi menghasilkan puncak difraksi yang mendekati sebuah garis vertikal. Kristalin yang sangat kecil menghasilkan puncak difraksi yang sangat lebar. Lebar puncak difraksi tersebut memberikan informasi tentang ukuran kristalin terlihat pada Gambar 19.



Gambar 19. Pengaruh puncak pada pola difraksi

Pada Gambar 19 merupakan pengaruh puncak difraksi terhadap ukuran kristal. Makin lebar puncak difraksi Sinar-X makin kecil ukuran kristalin, ukuran kristalin yang menghasilkan pola difraksi pada Gambar bawah lebih kecil daripada ukuran kristalin yang menghasilkan pola difraksi atas (Abdullah, 2008).

Kristalin yang kecil menghasilkan puncak yang lebar disebabkan karena kristal yang kecil memiliki bidang pantul Sinar-X yang terbatas. Puncak difraksi dihasilkan oleh interferensi secara konstruktif gelombang yang dipantulkan oleh bidang-bidang kristal. Pada proses interferensi makin banyak jumlah interferensi maka makin sempit ukuran garis frinji pada layar. Interferensi celah banyak dengan jumlah celah tak berhingga menghasilkan frinji yang sangat terang. Jumlah celah yang sangat banyak identik dengan kristalin yang berukuran besar. Karena difraksi Sinar-X pada dasarnya adalah interferensi oleh sejumlah sumber maka kita dapat memprediksi hubungan

antara lebar puncak difraksi dengan ukuran kristal berdasarkan perumusan interferensi celah banyak.

E. *X-Ray Fluorescence* (XRF)

1. Definisi *X-Ray Fluorescence* (XRF)

XRF adalah alat yang digunakan untuk menganalisis kandungan unsur dalam suatu bahan. Alat ini mempunyai keunggulan analisis yaitu lebih sederhana dan lebih cepat dibanding analisis dengan alat lain. XRF juga merupakan teknik analisis unsur dengan kemampuan yang unik termasuk sangat akurat untuk penentuan unsur-unsur utama dan survei elemen yang luas dari sampel komposisi tanpa standar. Alat XRF merupakan alat uji tak merusak yang mampu menentukan kandungan unsur dalam suatu bahan padat maupun serbuk secara kualitaif dan kuantitatif dalam waktu yang relatif singkat. XRF merupakan pemancaran sinar X dari atom tereksitasi yang dihasilkan oleh tumbukan elektron berenergi tinggi, partikel-partikel lain, atau suatu berkas utama dari sinar X lain.

Analisis X-Ray Fluoresence (XRF) dapat dipergunakan untuk mengidentifikasi kandungan logam berat baik secara kualitatif ataupun secara kuantitatif dalam sampel lingkungan atau sampel-sampel lainnya yang mempunyai matriks yang sama. Metode ini mempunyai kelebihan dibandingkan metode lainnya, yaitu dapat digunakan untuk analisis sampel dalam bentuk padatan dan cairan tanpa merusak komposisi sampel.

Metode XRF secara luas digunakan untuk menentukan komposisi unsur suatu material. Karena metode ini cepat dan tidak merusak sampel, metode ini dipilih untuk

aplikasi di lapangan dan industri untuk kontrol material. Tergantung pada penggunaannya, XRF dapat dihasilkan tidak hanya oleh sinar X tetapi juga sumber eksitasi primer yang lain seperti partikel alfa, proton atau sumber elektron dengan energi yang tinggi.

Dengan XRF kita dapat menganalisa unsur-unsur apa saja yang membangun material yang kita amati, walaupun untuk unsur ringan tidak dapat diamati. Kelemahan dari metode XRF adalah tidak dapat mengetahui senyawa apa yang dibentuk oleh unsur-unsur yang terkandung dalam material yang akan kita teliti. Dan kita tidak dapat menentukan struktur dari atom yang membentuk material itu.

2. Prinsip Fisis X-Ray Fluoresence

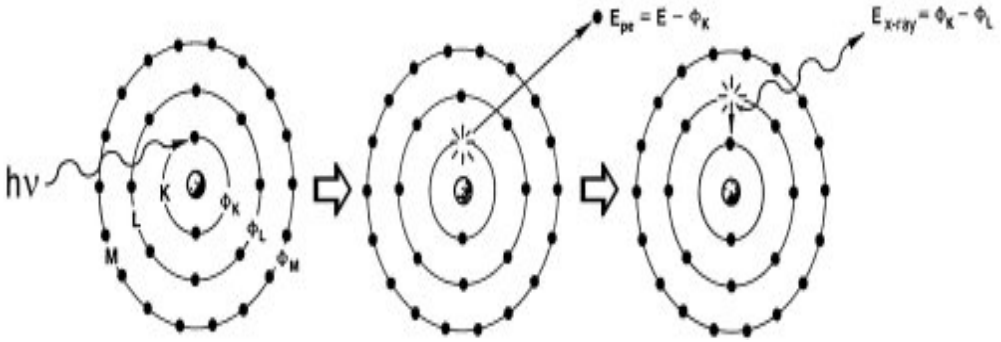
a. Efek fotolistrik

Analisis menggunakan XRF dilakukan berdasarkan identifikasi danpencacahan karakteristik Sinar-X yang terjadi dari peristiwa efekfotolistrik. Efekfotolistrik terjadi karena electron dalam atom target (sampel) terkena berkas berenergi tinggi (radiasi gamma, Sinar-X). Bila energi sinar tersebut lebih tinggi 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. Kekosongan electron ini akan diisi oleh elektron dari orbital yang lebih luar diikuti pelepasan energi yang berupa Sinar-X (Munasir, 2012).

Efek fotolistrik adalah gejala terlepasnya elektron pada logam akibat disinari cahaya atau gelombang elektomagnetik pada umumnya. Sinar yang mengenai logam

tersebut harus memiliki frekuensi yang lebih tinggi dari frekuensi ambang logam dan memiliki panjang gelombang yang pendek dari panjang gelombang ambang pada logam tersebut. Jika energi yang diberikan cahaya tersebut sama atau lebih besar daripada energi ikat elektron maka elektron akan terlepas dari logam. Analisis menggunakan XRF dilakukan berdasarkan identifikasi dan pencacahan Sinar-X karakteristik yang terjadi dari peristiwa efekfotolistrik seperti pada Gambar 20.

Hipotesis Einstein tentang efek fotolistrik (1905):*"Energi yang dibawa oleh cahaya terdistribusi secara diskret dalam bentuk paket-paket energi, bukan terdistribusi secara kontinu sebagaimana dikatakan oleh teori gelombang."*



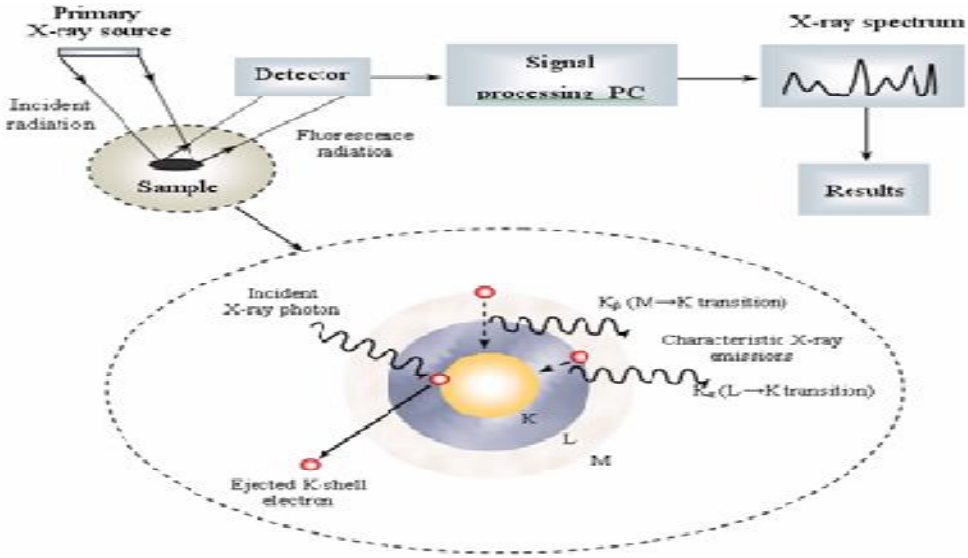
Gambar 20. Proses XRF (peristiwa efek fotolistrik)

Pada Gambar 20 terjadi efekfotolistrik karena elektron dalam atom target (sampel) terkena sinar berenergi tinggi (radiasi gamma, Sinar-X). Sebuah spektrometer XRF bekerja apabila sampel ditembaki oleh sinar-x, sebagian energi tersebar, tetapi beberapa juga diserap dalam sampel dengan cara yang tergantung pada kimianya. Sumber sinar X biasanya dihasilkan dari target Rh, meskipun W, Mo,

Cr dan lain-lain juga dapat digunakan, tergantung pada aplikasi.bila energi sinar tersebut lebih tinggi 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. Kekosongan elektron ini akan diisi oleh elektron dari orbital yang lebih luar diikuti pelepasan energi. Sinar-X yang dihasilkan merupakan gabungan spektrum sinambung dan spektrum berenergi tertentu (discreet) yang berasal bahan sasaran yang tertumbuk elektron. Jenis spektrum discreet yang terjadi tergantung pada perpindahan elektron yang terjadi dalam atom bahan. Spektrum ini dikenal dengan spektrum Sinar-X karakteristik.

b. Skema XRF

Gambar 21 di bawah ini adalah skema dari proses XRF



Gambar 21. Skema prinsip XRF

Pada Gambar 21 terlihat ketika sinar x ditembakkan ke sampel, maka sebagian energi diserap oleh sampel dan sebagian lagi dipantulkan kembali. Energi yang diserap sampel adalah energi yang kurang dari batas ambang energi ikat atom dalam sampel tersebut, dan energi yang lebih tinggi dari energi ikat atom dalam sampel (melebihi energi ambang) maka akan dipantulkan. Energi ini akan ditangkap oleh detektor. Dari detektor ini akan dihubungkan ke komputer sehingga data dari struktur sampel ini akan dapat dianalisis melalui komputer.

Analisis menggunakan alat XRF mempunyai keunggulan analisis yang cepat dan tidak memerlukan preparasi yang rumit. Waktu yang dipergunakan untuk satu kali pengukuran selama 300 detik (5 menit). Sedangkan preparasi sampel tidak perlu dilakukan dengan uji merusak, sehingga sampel dapat segera diukur.

BAB V

KESIMPULAN DAN SARAN

A. Kesimpulan

Berdasarkan penelitian yang dilakukan pasir kuarsa yang berasal dari Nagari Saruaso Kabupaten Tanah Datar dengan menggunakan alat karakterisasi *X-ray fluorescence* dan *X-ray diffraction* dapat diambil kesimpulan yaitu :

1. Kandungan silika yang terdapat pada pasir kuarsa yang berasal dari Nagari Saruaso Kabupaten Tanah Datar yaitu 88.957%.
2. Setelah diberikan variasi temperatur 26^{o}C, 800^{o}C, 900 ^{o}C, 1000 ^{o}C, 1100 ^{o}C terhadap sampel sehingga tampak berpengaruh terhadap struktur silika alam pada pasir kuarsa. Struktur silika yang dipengaruhi yaitu:
   a. Perubahan Fasa, pada saat temperatur 26^{o}C silika memiliki fasa quartz dan pada rentang temperatur 800^{o}C sampai 1000^{o}C muncul fasa baru yaitu *cristobalite.* Sedangkan untuk temperatur 1100 ^{o}C muncul mineral silika baru *tridymite-low.*
   b. Perubahan ukurab butir, temperatur berpengaruh terhadap ukuran butir dimana semakin tinggi temperatur yang diberikan semakin kecil ukuran butir kristalnya.
   c. Perubahan parameter kisi, pada saat fasa quartz berstruktur hexagonal dengan parameter kisi a=b= 4.9124 Å c=5.4039 Å yang dominan mengecil seiring

pertambahan temperatur. Begitu juga dengan *cristobalite* parameter kisi yang bermula a=b=c= 7.4170 Å cendrung menurun seiring pertambahan temperatur.

B. Saran

Dari hasil penelitian yang telah diperoleh dapat disarankan:

1. Melakukan pemurnian untuk mendapatkan persentase kandungan Si yang lebih tinggi.
2. Menggunakan variasi temperatur yang lebih tinggi untuk melihat perubahan struktur yang lebih jelas.
3. Melakukan karakterisasi menggunakan XRF setiap variasi temperatur yang diberikan.
4. Mencari pengaruh temperatur terhadap parameter-parameter fisika lainnya.