ANALISIS SIFAT FISIS BIJIH MANGAN HASIL PROSES SINTER YANG TERDAPAT DI NAGARI KIAWAI KECAMATAN GUNUNG TULEH KABUPATEN PASAMAN BARAT

SKRIPSI

Diajukan Kepada Tim Penguji Jurusan Fisika Sebagai Salah Satu

Persyaratan Memperoleh Gelar Sarjana Sains

Oleh :

PHOBI JUWANDARI PUTRI

NIM. 16039/2010

JURUSAN FISIKA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS NEGERI PADANG

2014

PERSETUJUAN SKRIPSI

ANALISIS SIFAT FISIS BIJIH MANGAN HASIL PROSES SINTER YANG TERDAPAT DI NAGARI KIAWAI KECAMATAN GUNUNG TULEH KABUPATEN PASAMAN BARAT

Nama	**: Phobi Juwandari Putri**
NIM	**: 16039**
Program studi	**: Fisika**
Jurusan	**: Fisika**
Fakultas	**: Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam**

Padang, 7 Agustus 2014

Disetujui Oleh

Pembimbing I	**Pembimbing II**
Dr. Hj. Ratnawulan, M.Si	**Drs. Gusnedi, M.Si**
NIP. 19690120 199303 2 002	**NIP. 19620810 198703 1 024**

PENGESAHAN SKRIPSI

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

Judul	**: Analisis Sifat Fisis Bijih Mangan Hasil Proses Sinter Yang Terdapat Di Nagari Kiawai Kecamatan Gunung Tuleh Kabupaten Pasaman Barat**
Nama	: Phobi Juwandari Putri
Nim	: 16039
Jurusan	: Fisika
Program Studi	: Fisika
Fakultas	: Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam

Padang, 8 September 2014

Tim Penguji

	Nama	Tanda Tangan
Ketua	: Dr. Hj. Ratnawulan, M.Si	
Sekretaris	: Drs. Gusnedi, M.Si	
Anggota	: Dr. Hj. Djusmaini Djamas, M.Si	
	Dra. Syakbaniyah, M.Si	
	Yohandri, P.hd	

ABSTRAK

Phobi Juwandari. P :Analisis Sifat Fisis Bijih Mangan Hasil ProsesSinteryang Terdapat di Nagari Kiawai Kecamatan Gunung Tuleh Kabupaten Pasaman Barat

Indonesia adalah negara kaya akan potensi sumber daya alam yang melimpah. Salah satunya kaya akan potensi tambang mineralmangan.Nyatanya bahwa keberadaan bijih mangan masih dieksploitasi dalam keadaan *raw material* sehingga memiliki nilai jual yang rendah.Bijih mangandapat ditemukan di Nagari Kiawai Kecamatan Gunung Tuleh Kabupaten Pasaman Barat.Dari penelitian sebelumnya dapat dilihat setiap kawasan memiliki kadar kandungan mineral oksida yang berbeda-beda dalam setiap bijih mangan. Selain hal tersebut terdapat jugafasa yang sama di setiap kawasan dengan komposisi berbeda.Perbedaan kadar kandungan oksida dalam bijih mangan dan fasa yang terbentuk disebabkan oleh tatanan geologi dan proses mineralisasi disetiap wilayah.

Jenis penelitian ini bersifat eksperimental yang dilaksanakan di Laboratorium Material Jurusan Fisika dan Laboratorium Jaminan Kualitas PT Semen Padang. Prosedur penelitian meliputi persiapandari bahan dan alat yang digunakansertapelaksanaan penelitian yaitu mengkarakterisasi sampel menggunakan *X-Ray Fluorescence* (XRF) dan*X-RayDiffraction* (XRD). XRF digunakan untuk mengidentifikasi kandungan dari mineral bijih mangan. XRD digunakan untuk mengidentifikasi sifat fisis bijih mangan meliputi fasa, struktur dan ukuran butir kristal.Analisis data pada penelitian ini merupakan sifat fisis bijih manganterhadapvariasisuhu sintering yang diberikan.

Diperoleh data dari pengukuran XRF pada bijih mangan, yaitu kandungan MnO_2, SiO_2dan Al_2O_3 berturut-turut adalah 78,228%, 10,969% dan 8,098%. Berdasarkan data pengukuran XRD diperoleh informasi bahwa pemberiansuhusintering yang bervariasi menyebabkan munculnya fasa baru dari bijih mangan. Pemberiansuhujuga menyebabkan terjadinya perubahan struktur pada fasa, seperti fasa *pyrolusite* dari struktur tetragonal berubah fasa menjadi *bixbyite* dengan struktur kubik. Seiring laju pemanasan fasa *bixbyite* juga bertransformasi ke fasa *hausmannite* dengan struktur tetragonal. Disisi lain fasa *bixbyite* juga membentuk ikatan dengan fasa *rhodonite* dengan struktur triklinik sehingga terbentuk fasa baru lagi yaitu*braunite* yang berstruktur tetragonal. Meningkatnyasuhusintering mengakibatkanperubahan ukuran butir pada fasa bijih mangan.Ukuran butir fasa *bixbyite* pada suhu 600℃,700℃,800℃yaitu68,3nm,46,1 nm 54,1nm.

Kata Kunci : Bijih mangan, Fasa,*X-Ray Diffraction*(XRD), *X-Ray Fluorescence*(XRD), Struktur, Suhusintering dan Ukuran butir,

KATA PENGANTAR

Syukur Alhamdulillah penulis ucapkan kehadirat Allah SWT yang telah melimpahkan rahmat dan karunia-Nya terutama nikmat waktu dan kesehatan sehingga penulis dapat menyelesaikan penulisan skripsi dengan judul "Analisis Sifat Fisis Bijih Mangan Hasil ProsesSinteryang Terdapat di Nagari Kiawai Kecamatan Gunung Tuleh Kabupaten Pasaman Barat".Skripsi ini juga merupakan bagian dari **Penelitian Unggulan Perguruan Tinggi** tahun 2013atas nama Dr. Ratnawulan, M.Si.,Drs. Gusnedi M.Si., dan Yohandri, Ph.Ddengan judulKarakterisasi Fisika Mineral Ekonomis Sumatera Barat Menggunakan Metode Diffraksi Sinar-X dengan nomor kontrak 252/UN 35,4 PG/2014 Tanggal 17 April 2014.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 kegiatan penelitian dan penulisan skripsi ini, penulis banyak mendapatkan bantuan, arahan, bimbingan dan petunjuk dari berbagai pihak, baik secara moril ataupun secara materil.Oleh sebab itu, dalam kesempatan ini penulis menyampaikan ucapan terima kasih kepada :

1. Ibu Dr. Hj.Ratnawulan, M.Si.,selaku pembimbing I yang telah banyak meluangkan waktu, fikiran, serta memberikan arahan dan bimbingan kepada penulis dalam kegiatan penelitian dan penulisan skripsi ini.
2. Bapak Drs. Gusnedi, M.Si.,selaku pembimbing II yang telah banyak memberikan arahan, bimbingan dan saran sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi ini.

3. Ibu Dr. Hj. Djusmaini Djamas, M.Si., Ibu Dra. Syakbaniah, M.Si.,Bapak Yohandri, S.Si, M.Si, Ph.D, selaku penguji pada skripsi ini.
4. Bapak Harman Amir M.Si., selaku penasehat akademik yang telah banyak memberikan masukan dan motivasi kepada penulis.
5. Bapak Drs. Akmam, M.Si., sebagai Ketua Jurusan Fisika FMIPA UNP.
6. Ibu Hidayati, M.Si., sebagai ketua Program Studi Fisika FMIPA UNP.
7. Seluruh pengajar dan staf Jurusan Fisika yang telah membekali penulis dengan berbagai ilmu dan pengetahuan serta motivasi selama masa perkuliahan.
8. BapakRafmatias sebagai kepala urusanLaboran Jaminan Kualitas di PT. Semen Padangyang telah mengizinkan penulis untuk melakukan penelitian di PT. Semen Padang
9. Bapak AldinolLaboran Jaminan Kualitas diPT. Semen Padangyang telah membantu penulis dalam pengambilan datapenelitian ini.
10. Bapak Nuzwirman di Dinas Energi dan Sumber Daya Mineral Padang yang telah meluangkan waktu untuk diskusi, arahan serta bimbingan dalam pelaksanaan penelitian
11. Bapak Budi di Kiawai Pasaman Baratyang telah meluangkanwaktu dan untuk berdiskusi dalam pengambilan sampel penelitian
12. Rekan-rekan satu tim, atas kerjasama, motivasi dan semangatnya dalam menyelesaikan skripsi ini
13. Rekan-rekan mahasiswa jurusan Fisika FMIPA UNP yang selalu memotivasi penulis dalam menyelesaikan skripsi ini.

14. Spesial kepada kedua orang tua saya yang selalu memberikan dukungan motivasi serta doa yang diberikan kepada penulis
15. Semua pihak yang telah membantu penulis untuk mewujudkan dan menyelesaikan studi yang tidak bisa penulis sebutkan satu persatu.

Skripsi ini telah ditulis sesuai dengan panduan penulisan skripsi.Namun, untuk kesempurnaan diharapkan kritik dan saran dari semua pihak.Semoga skripsi ini bermanfaat bagi penulis dan pembaca untuk perkembangan ilmu pengetahuan.

Padang,Agustus 2014

Penulis

DAFTAR ISI

Halaman

KATA PENGANTAR ii

DAFTAR ISI v

DAFTAR TABEL viii

DAFTAR GAMBAR ix

DAFTAR LAMPIRAN xii

BAB I PENDAHULUAN

A. LatarBelakang..... 1

B. RumusanMasalah 5

C. BatasanMasalah..... 6

D. PertanyaanPenelitian 7

E. TujuanPenelitian..... 7

F. ManfaatPenelitian..... 8

BAB II TINJAUANPUSTAKA

A. Potensi Bijih Mangan di Kabupaten Pasaman Barat Sumatera Barat 10

B. Bijih Mangan 13

1. JenisMangan Oksida..... 14

2. Aplikasi Mangan Oksida 21

C. Suhu Sintering..... 21

1. Pengaruh Suhu Sintering Terhadap Fasa 22

2. Pengaruh Suhu Sintering TerhadapStruktur 28

3. Pengaruh Suhu Sintering Terhadap Ukuran Butir 29

D. Kristalografi 31

1. Sistem atau Struktur Kristal 31
2. Jarak Antar Bidang Kristal 33
E. X-Ray Diffraction (XRD) 35
1. Difraksi Bragg 36
2. Faktor struktur 39
F. X-Ray Fluorescence (XRF) 40
BAB III METODOLOGI PENELITIAN
A. Rancangan Penelitian 40
B. Waktudan TempatPenelitian 40
C. VariabelPenelitian 41
D. ProsedurPenelitian 41
1. Persiapan Penelitian 41
2. PelaksanaanPenelitian 45
BAB IV HASIL PENELITIAN DAN PEMBAHASAN
A. HasilPenelitian 57
B. Pembahasan 91
BAB V PENUTUP
A. Kesimpulan 101
B. Saran 102
DAFTAR PUSTAKA 103
LAMPIRAN 107

DAFTAR TABEL

Tabel :Halaman

1. Sifat fisis jenis mineral mangan yang bernilaiekonomis..... 14
2. TujuhsistemkristaldanempatbelaskisiBravais 33
3. Persamaan untuk menentukan jarak antar bidang kristal 34
4. Kandungan bijih mangan hasil karakterisasi XRF 57
5. Data hasilpengukuran*x-ray diffraction* sampelsebelum sinter 59
6. Data hasilpengukuran*x-ray diffraction* sampel 600℃ 61
7. Data hasilpengukuran x-ray diffraction sampel 700℃ 63
8. Data hasilpengukuran*x-ray diffraction* sampel 800℃ 64
9. Data hasilpengukuran*x-ray diffraction* sampel 900℃ 66
10. Data hasilpengukuran*x-ray diffraction* sampel 1000℃ 68
11. Perbandingan data hasilpengukuransampel sebelum dengan*database* mineral 69
12. Perbandingan data hasilpengukuransampel 600℃ dengan *database* mineral 71
13. Perbandingan data hasilpengukuransampel 700℃ dengan*database* mineral 73
14. Perbandingan data hasilpengukuransampel 800℃ dengan*database* mineral 75
15. Perbandingan data hasilpengukuransampel 900℃ dengan*database* mineral 77
16. Perbandingan data hasilpengukuransampel 1000℃ dengan*database* mineral 79
17. Fasa mangan oksida yang terbentuk padamasing-masing sampel 82
18. Struktur mangan oksida penyusun bijih mangan 83
19. Ukuran butir kristal sampel bijih mangan sebelum disintering 84
20. Ukuran butir kristal sampel bijih mangan setelah disintering pada suhu 600℃..... 85
21. Ukuran butir kristal sampel bijih mangan setelah disintering pada suhu 700℃..... 86
22. Ukuran butir kristal sampel bijih mangan setelah disintering pada suhu 800℃..... 87

23. Ukuran butir kristal sampel bijih mangan setelah disintering pada suhu 900℃ 88
24. Ukuran butir kristal sampel bijih mangan setelah disintering pada suhu 1000℃ 89

DAFTAR GAMBAR

Gambar :Halaman

1. PetaKabupatenPasaman Barat 11
2. KondisibentanganalamKabupatenPasaman Barat..... 12
3. Bijihmangan di NagariKiawaiKecamatanGunungTulehKabupatenPasaman..... 13
4. Kenampakanbeberapabijihmangan 15
5. Strukturtetragonal*pyrolusite* 16
6. Strukturmonoklinik*manganite* 17
7. Strukturkubik*bixbyite*..... 17
8. Strukturtetragonal*hausmanite* 18
9. Strukturtriklinik*rhodonite* 19
10. Strukturtetragonal*rraunite* 20
11. Strukturmonoklin*psilomelane*..... 20
12. Stukturheksagonal*rhodochrosite* 21
13. Hambatan energi yang memisahkan keadaan fasa..... 24
14. Diagram kesetimbangan bijih mangan..... 25
15. Tranformasifasamanganoksidaakibatpemberianenergipanas sintering..... 27
16. Energidanpemuaian..... 28
17. *Perubahanstrukturmikrosaat sintering* 29
18. Tujuhsistemkristaldenganempatbelaskisibravais 32
19. Jarakantarbidangd_{hkl} 34
20. Diffraksi Bragg 37
21. Prinsipkerja XRF 41
22. GrafikKandunganLogamBesiSampellocengGangsaKalang, Selangor 42
23. *X-Ray Diffractometer* (XRD)..... 46
24. *X-RayFluorescence*(XRF)..... 46
25. Spatula 47
26. Desikator..... 47
27. Penjepit 47
28. CawanPorselen..... 48
29. Neracaanalitik 48

30. *Furnace* 49
31. Pengambilansampelbijihmangan 49
32. Penggerusanbijihmangan 50
33. Pengayakanbijihmangansetelahdigerus 50
34. Pemberian label 51
35. Prinsipkerja XRD 52
36. Hasilpengukuranberupadifraktogram 53
37. Diagram alirpenelitian 56
38. Datahasilpengukuran*x-ray diffraction*sampel sebelum sinter 58
39. Data hasilpengukuran*x-ray diffraction*sampel 600℃ 60
40. Datahasilpengukuran*x-ray diffraction*sampel 700℃ 62
41. Datahasilpengukuran*x-ray diffraction*sampel 800℃ 64
42. Data hasilpengukuran x-ray diffraction sampel 900℃ 65
43. Datahasilpengukuran*x-ray diffraction*sampel 1000℃ 67
44. Analisis hasil pengukuran XRD sampel sebelum sinter 70
45. Analisis hasil pengukuran XRD sampel 600℃ 72
46. Analisishasilpengukuran XRD sampel 700℃ 74
47. Analisis hasil pengukuran XRD sampel 800℃ 76
48. Analisis hasil pengukuran XRD sampel 900℃ 78
49. Analisishasilkarakterisasi XRD sampel1000℃ 80
50. Pola XRD bijih mangan tanpa sintering, 600℃, 700℃, 800℃, 900℃ dan 1000℃ 81
51. Grafik ukuran butir kristal masing-masing fasa mangan oksida untuk setiap variasi suhu 90
52. Menujulokasisampel di KiawaiKabupatenPasaman Barat 139
53. Bijihmangan di NagariKiawaiKecamatanGunungTulehKabupatenPasaman 139
54. Bijihmangansetelahdibersihkan 139
55. Penggerusan sampel bijih mangan sehingga menjadi serbuk 139
56. Foto sampel dengan ayakan otomatis 0,075nm 139
57. Pemberian label setelah penggerusan 140
58. Foto di Laboratorium Kimia FMIPA UniversitasNegeriPadang Saatpengujianmenggunakan*X-Ray Fluorescence* (XFR) 140
59. Menimbangberatsampel yang akandisintering 140

60. Sampel didalam cawan yang akan dimasukkan kedalam *furnace* 140
61. Memasukkansampelkedalam*furnace* 141
62. Sampelberada di dalam*furnace* 141
63. Foto Sampel sebelum sintering 141
64. Foto Sampel sampel 600℃ 141
65. Foto Sampel sampel700℃ 141
66. Foto Sampel sampel800℃ 141
67. Foto Sampel sampel900℃ 142
68. Foto Sampel sampel1000℃ 142
69. Fotosaatmempreparasisampeluji*X-Ray Diffractometer*(XRD) 142
70. Sampelbijihmangan yang di karakterisasidengan*X-Ray Diffractometer*(XRD)..... 142
71. Hasil*output*menggunakan*X-Ray Diffractometer*(XRD) di LaboratoriumJaminanKualitas PT. Semen Padang..... 142

DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran: Halaman

1. HasilScaningPengukuran XRF Bijihmangan..... 108
2. *Database*untukmineral penyusun bijih mangan 110
3. DokumentasiPenelitian..... 139

BAB I

PENDAHULUAN

A. Latar Belakang

Indonesia adalah negara kaya akan potensi sumber daya alam yang melimpah. Salah satunya kaya akan potensi tambang mineral. Percepatan terhadap pengelolaan sumber daya mineral dapat dilakukan dengan menggali potensi dan mengidentifikasi jenis-jenis mineral beserta kandungan di dalam sumber daya mineral. Identifikasi jenis-jenis mineral penting dilakukan untuk inventarisasi kekayaan alam yang nantinya akan berdampak pada percepatan dan perluasan pembangunan ekonomi di Sumatera Barat (Ratnawulan, 2013). Dinas Energi dan Sumber Daya Mineral Sumatera Barat tahun 2011 telah melakukan kajian terhadap sumber daya mineral di 15 Kabupaten/Kota di Sumateri Barat. Ada 42 jenis sumber daya mineral yang sudah berhasil diidentifikasi.

Kabupaten Pasaman Barat merupakan daearah di Sumatera Barat yang sangat kaya akan potensi tambang. Daerah ini memiliki beragam jenis sumber daya alam tersebut. Salah satu bahan galian industri dari sumber daya alam tersebut yang memiliki aspek kegiatan peluang investasi yaitu mineral Bijih mangan. Bijih mangan ini tersebar di beberapa lokasi diNagari Kiawai Kecamatan Gunung Tuleh. Untuk membantu memudahkan pemerintah Kabupaten Pasaman Barat dalam rangka pengembangan wilayah dan menggali pendapatan asli daerah dibidang pertambangan maka bahan galian mineral ini merupakan sumber daya yang potensial untuk dimanfaatkan.

Bijih mangan mengandung senyawa oksida yang bernilai ekonomis dengan kadar yang bervariasi di setiap wilayah.Bijih mangan merupakan suatu senyawa oksida dimana didalamnya terdapat jenis–jenis mineral *pyrolusite* (MnO_2), *manganite* [MnO(OH)],*bixbyite* (Mn_2O_3), *psilomelane*($BaMn_2O_{12}H_2O$), *hausmannite* (Mn_3O_4), *rhodokrosit* ($MnCO_3$), *rhodonit* ($MnSiO_3$) (Sukandarrumidi, 1998).

Ansori, dkk (2012) telah melakukan analisa kimia terhadap bijih mangan yang berasal dari kawasan Kars Gombong Selatan, BandungProvinsi Jawa Barat. Hasil analisanya mendapatkan bahwa setiap kawasan memiliki kadar kandungan mineral oksida yang berbeda-beda. Kadar rata-rata mangan MnO_2 dari Srati 49,89%, Bleber 74,19 % dan Candirenggo 56,82 %. Sementara penelitian Sorensen (2010) melaporkan bijih mangan di daerah Australia memiliki kadar70-81,9% dan di daerah Norwegia 66%.

Sumatera Barat memiliki komposisi kandungan Mn total 42,2% dari bijih mangan yang terdapat di NagariTimpeh, Kec. Kamang Baru, Kab.Sijunjung. Melalui analisis kimia yang telah dilakukan diperoleh kandungan MnO_2, SiO_2, AlO_3, FeO_3, K_2O, CaO, MgO, TiO_2 berturut-turut yaitu 66,3%, 3,28%, 5,18%, 9,05%, 2,03%, 0,26%, 0,74%, 0,14% (Tim Bidang Geologi, 2011), sehingga dari penelitian yang telah dilakukan sebelumnya dapat dilihat bahwa setiap kawasan memiliki kadar kandungan mineral oksida yang berbeda-beda dalam setiap sampel bijih mangan. Perbedaan kadar kandungan oksida dalam bijih mangan disebabkan oleh tatanan geologi dan proses mineralisasi disetiap wilayah.

Perbedaan kandungan bijih mangan dapat dimanfaatkan sesuai dengan kandungannya seperti, bijih mangan dengan kandungan Mntotal sebesar 48-58% dapat dimanfaatkan untuk industri baterai kering (Sukandarumidi, 2009). Sedangkan, Riyanto (1994) menyebutkan bijih mangan dengan kandungan 95% dapat digunakan dalam pembuatan baja.

Kandungan mineral manganoksida seperti*pyrolusite, bixbyite, psilomelane, hausmannite, rhodokrosit dan rhodonit*memiliki potensi untuk dikembangkan sebagai bahan industri seiring dengan kemajuan teknologi. *Pyrolusite* bahan utama untuk industri batere kering. *Bixbyite*juga dapat dijadikan sebagai bahan batere kering yang menghasilkan kinerja yang cukup bagus dan dengan daya tahan yang lama (Sukandarumidi, 2009). Saat ini*hausmannite* banyak digunakan di bidang industri sebagai katalis, magnetisme, elektrokimia, atau untuk dekontaminasi udara (Taufiq, 2008).

Sukirman (2008) menyatakan bahwa oksida-oksida mangan memiliki peluang yang sangat besar untuk dimanfaatkan dalam berbagai aplikasi, seperti sensor, *magnetic random acces memories*, katalis dan pigmen.Besarnya manfaat mangan oksida tersebut membuat para peneliti melakukan upaya untuk mendapatkannya.Salah satu diantaranya adalah dengan proses *leaching,* yaitusuatu proses dalampengolahan logam dari batuan atau bijihnya dengan menggunakan pelarut berairdimana dilakukan pemakaian suatu zat kimia yang cair untuk dapat melarutkan suatu partikeltertentu. Dalam penelitianWahyudi (2013) menyatakan mangan oksida diperoleh dari proses *leaching*dengan kadar

mangan sebesar81,99%.Namun tidak menjelaskan fasa yang terbentuk dari proses tersebut.

Selain itu ada suatu proses ekstraksi logam dengan memakai energi panas sepertiproses sol-gel dengan perlakuan suhu tinggi (Taufiq, 2008).Seperti yang telah dilakukan oleh Wahyudi (2008) memperoleh fasa *bixbyite* dan *hausmanite* melalui pemanasan dari fasa *pyrolusite* dengan prosesl sol-gel.Selain dari beberapa metode tersebut oksida mangan dapat diperoleh dengan proses sinter (sintering). Sintering merupakan metode pembuatan material dari serbuk dari logam maupun non logam dengan pemanasan sehingga terbentuk ikatan partikel (Ramlan, 2012).

Apabila suatu material dipanaskan dengan laju pemanasan tetap maka akan terjadi perubahan fisika seperti perubahan fasa (Smallman, 2000). Menurut Kanungo (1979) perubahan fasa dari *pyrolusite* menjadi *bixbyite* terjadi pada daerah suhu 500-700℃. Wahyudi (2008) telah melaporkan perubahan fasa bijih mangan terjadi pada daerah suhu 400-600℃. Bijih mangan*pyrolusite* yang dipanaskan pada suhu 400℃ menjadi *hausmannite.*Sementara pada suhu 500℃ dan 600℃ terjadi perubahan fasa *pyrolusite* menjadi fasa *bixbyite*..

Suhu sintering selain mengakibatkan perubahan fasa juga dapat menyebabkan perubahan struktur kristral dan ukuran butir. *Pyrolusite* berubah struktur dari tetragonal menjadi orthorombik pada suhu 400℃ dengan ukuran butir 25 nm. Tidak jauh berbeda yang didapatkan pada suhu pemanasan 500℃ adalah fasa *bixbyite* (Mn_2O_3) dengan strukturorthorombik, memiliki ukuran butir sebesar 27-28 nm (Saridewi, 2006).

Hasil penelitian sebelumnya membuktikan perbedaan tempat sampel bijih mangan diambil mempengaruhi sifat dan karakteristik fisisnya, oleh karena itu perlu dilakukan penelitian terhadap sifat fisis bijih manganyang ada di daerah Kiawai Kecamatan Gunung Tuleh Kabupaten Pasaman Barat akibat variasi suhu sintering. Sifat fisis bijih mangan dianalisa berdasarkan kadar kandungan mangan pada bijih mangan serta perubahan fasa, struktur, dan ukuran butir mangan oksida dari bijih mangan akibat variasi suhu sintering.

Pada penelitian ini akan diidentifikasi jenis-jenis mineral dan kadarbijih mangan di Nagari Kiawai Kecamatan Gunung Tuleh. Dengan harapan bahwa melalui diketahuinya jenis-jenis mineral, kandungan dan fasa baru yang akan muncul ini dapat dimanfaatkan dengan nilai ekonomis yang lebih tinggi.Dengan mengetahui karakteristik sifat fisis mangan oksida dalam merespon energi panas akibat perubahan suhu sintering, maka merupakan dasar untuk peneliti selanjutnya dalam melakukan inovasi pada fasa-fasa bijih mangan. Untuk mengetahui kandungan yang terdapat pada bijih mangan digunakan *X-Ray Fluorescence* (XRF) dan untuk menganalisis fasa, struktur, ukuran butir mangan oksida digunakan alat karakterisasi yaitu *X-Ray Diffraction* (XRD).

B. Rumusan Masalah

Berdasarkan latar belakang tersebut, maka dapat dirumuskan suatu permaslahan yaitu:

1. Berapa kandungan bijihmangan yang terdapat di NagariKiawaiKecamatan Gunung Tuleh Kabupaten Pasaman Barat Sumatera Barat dengan menggunakan *X-Ray Fluorescence* (XRF)?
2. Bagaimana pengaruh suhusintering terhadap perubahan fasa bijihmangan yang terdapat di NagariKiawaiKecamatan Gunung Tuleh Kabupaten Pasaman Barat Sumatera Barat?
3. Bagaimana pengaruh suhusintering terhadap struktur bijihmangan yang terdapat di NagariKiawaiKecamatan Gunung Tuleh Kabupaten Pasaman Barat Sumatera Barat dengan menggunakan *X-Ray Difraction* (XRD)?
4. Bagaimana pengaruh suhusintering terhadap ukuran butir bijihmangan yang terdapat di NagariKiawaiKecamatan Gunung Tuleh Kabupaten Pasaman Barat Sumatera Barat?

C. Batasan Masalah

Berdasarkan perumusan masalah dan mengingat luasnya cakupan penelitian ini, maka penulisan akan memfokuskan permasalahan menjadi:

1. Variasi suhu 26℃, 600℃, 700℃, 800℃, 900℃, 1000℃
2. Waktu pemanasan selama 1 jam
3. Sifat fisis mangan bijih mangan ditinjau dari
    a. Perubahan fasa
    b. Struktur kristal bijih mangan (α, β, γ, a, b, c, grup ruang, dan sistem kristal)
    c. Ukuran butir

D. Pertanyaan Penelitian

Berdasarkan batasan masalah diatas maka yang akan dikaji dalam penelitian ini, yaitu:

1. Berapa kadar atau kandungan bijihmangan yang terdapat di NagariKiawaiKecamatan Gunung Tuleh Kabupaten Pasaman Barat Sumatera Barat dengan menggunakan *X-Ray Fluorescence* (XRF)?
2. Bagaimana pengaruh suhusintering terhadap perubahan fasa mangan oksida di dalam bijihmangan yang terdapat di NagariKiawaiKecamatan Gunung Tuleh Kabupaten Pasaman Barat Sumatera Barat?
3. Bagaimana pengaruh suhusintering terhadap struktur mangan oksida di dalam bijihmangan yang terdapat di NagariKiawaiKecamatan Gunung Tuleh Kabupaten Pasaman Barat Sumatera Barat dengan menggunakan *X-Ray Difraction*?
4. Bagaimana pengaruh suhusintering terhadap ukuran butir mangan oksida di dalam bijihmangan yang terdapat di NagariKiawaiKecamatan Gunung Tuleh Kabupaten Pasaman Barat Sumatera Barat.

E. Tujuan Penelitian

Adapun tujuan dari penelitian ini adalah sebagai berikut:

1. Menyelidiki kandungan bijihmangan yang terdapat di NagariKiawaiKecamatan Gunung Tuleh Kabupaten Pasaman Barat Sumatera Barat dengan menggunakan *X-Ray Fluorescence* (XRF)?

2. Menyelidiki pengaruh suhusintering terhadap sifat fisis bijih mangan yaitu perubahan fasa di dalam bijihmangan yang terdapat di NagariKiawaiKecamatan Gunung Tuleh Kabupaten Pasaman Barat Sumatera Barat?
3. Menyelidiki pengaruh suhusintering terhadapbijih manganyaitu struktur mangan oksida di dalam bijihmangan yang terdapat di NagariKiawaiKecamatan Gunung Tuleh Kabupaten Pasaman Barat Sumatera Barat dengan menggunakan *X-Ray Difraction*?
4. Menyelidiki pengaruh suhusintering terhadap bijihmanganyaitu ukuran butir mangan oksida di dalam bijihmangan yang terdapat di NagariKiawaiKecamatan Gunung Tuleh Kabupaten Pasaman Barat Sumatera Barat?

F. Manfaat Penelitian

Adapun manfaat dari penelitian ini yaitu:

1. Bagi peneliti sebagai syarat untuk menyelesaikan Program S1 di Jurusan Fisika Universitas Negeri Padang
2. Mengetahui kandungan bijih mangan, pengaruh variasi suhu sinter terhadap sifat fisis bijih mangan yang terdapat di daerah Sumatera Barat terutama di Nagari Kiawai Kabupaten Pasaman Barat
3. Bagi instansi terkait sebagai bahan pertimbangan salah satu sumber pendapatan asli daeraholeh Pemerintah Daerah yang bersangkutan, investor dan masyarakat lainnya yang membutuhkan.

4. Meningkatkan pemahaman ilmu fisika terutama pada bidang alat karakterisasi XRF dan XRD
5. Menjadi tambahan *literature* untuk peneliti selanjutnya.

BAB II

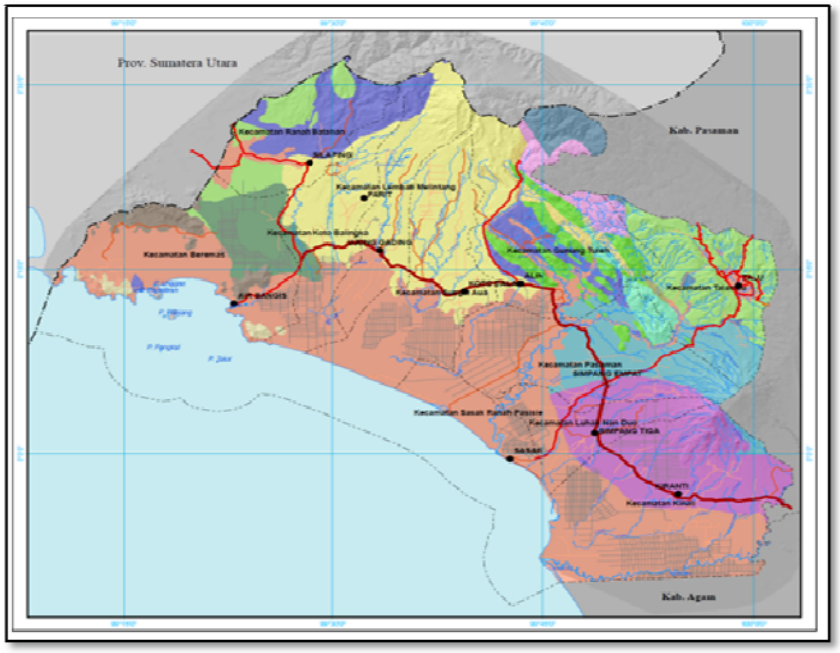
TINJAUAN PUSTAKA

A. Potensi Bijih Mangan di Kabupaten Pasaman Barat Sumatra Barat

Indonesia dengan potensi alam yang melimpah tidak akan sulit untuk menemukan bahan tambang mineral. Bahan tambang mineral mudah diperoleh karena kandungannya di alam sangat banyak seperti yang terkandung pada bijih alam.Posisi Sumatera Barat yang berada di dekat tumbukan dua lempeng besar menerima akibat negatif yaitu daerah rawan bencana alam juga mendapat manfaat yaitu munculnya mineral-mineral ekonomis.

Kabupaten Pasaman Barat merupakan satu dari sedikit daearah di sumatra Barat yang sangat kaya akan potensi tambang mineral dan memiliki beragam jenis sumber daya alam. Salah satu bahan galian industri dari sumber daya alam tersebut yang memiliki aspek kegiatan peluang investasi yaitu mineral bijih mangan. Keberadaan Bijih mangan di Sumatra Barat dapat ditemukan di beberapa Kabupaten/Kota.

Potensi Bijih mangan di Sumatra Barat terdapat di Nagari Sungai Kunyit Kecamatan Sangir Kabupaten Solok Selatan, Ranah Pantai Cermin Kecamatan Sangir Batang Hari Kabupaten Solok Selatan, di Nagari Air Ramo Kabupaten Sijunjung, di Daerah Tamiang Tangah Kabupaten Pasaman Barat, di Nagari Batahan Kecamatan Ranah Batahan dan Muaro Kiawai Kecamatan Gunung Tuleh Kabupaten Pasaman Barat.Gambar 1 merupakan peta wilayah Kabupaten Pasaman Barat.



Gambar 1. Peta Kabupaten Pasaman Barat (Dinas Geologi Sumber Daya Mineral, 2013)

Kabupaten Pasaman Barat terletak diantara 00^0 33’ Lintang Utara sampai 00^0 11’ Lintang Selatan dan 99^0 10’ sampai 100^0 04’ Bujur Timur. Sebagian besar bentukan lahannya berbentuk daratan sampai bergelombang dan sisanya berbentuk perbukitan serta pegunungan. Daerah bukit dan bergunung terdapat di Kecamatan Talamau, dan Gunung Tuleh. Kondisi bentangan alam Pasaman Barat seperti ini dapat dilihat pada Gambar 2.

Gambar 2. Kondisi bentangan alam Kabupaten Pasaman Barat

Menurut Laporan Pemetaan Geologi Kabupaten Pasaman Barat yang diterbitkan Dinas Pertambangan dan Energi Propinsi Sumatera Barat (2013) keadaan kondisi wilayah tanahnya bervariasi antara datar, bergelombang, dan bukit bergelombang. Pada Gambar 1 menunjukkan bahwa wilayah Kabupaten Pasaman Barat didominasi oleh perbukitan yang dicirikan dengan adanya lembah dan lereng. Sumber daya alam di daerah tersebut dengan gunung-gunung dan perbukitan merupakan modal dan kekuatan yang sangat menjanjikan seperti potensi ekonomi di bidang pertambangan, kehutanan, perkebunan, dan potensi lainnya(Dinas Geologi Sumber Daya Mineral, 2013). Gambar3 memperlihatkanbentangan alam di Nagari Kiawai Kecamatan Gunung Tuleh Kabupaten Pasaman Barat.

Gambar3. Bijih mangan di Nagari Kiawai Kecamatan Gunung Tuleh Kabupaten Pasaman

Potensi bijih mangan saat ini belum bisa digarap karena masih terkendala status kawasan hutan lindung, meskipun izin usaha pertambangan diperoleh sebagian perusahaan. Sedangkan untuk izin tambang rakyat (ITR) Dinas pertambangan dan energi telah mengeluarkan enam izin untuk penambangan mangan di Nagari Batahan Kecamatan Ranah.Dalam menginventerisasi keunggulan potensi Kabupaten Pasaman Barat dalam bidang pertambangan perlu dilakukan analisis sifat fisis terhadap potensi bijih manyadari mineral bijih mangan saat ini belum tereksploitasi

B. Bijih Mangan

Bijih mangan berwarna hitam kelabu, seperti besi. Bijih mangan merupakan salah satu unsur yang paling banyak terdapat di dalam kerak bumi. Bijih mangan di Indonesia ditemukan pertama kali pada tahun 1854 di daerah Karangnunggal, Tasikmalaya, Jawa barat (Riyanto, 1994). Endapan bijih mangan dapat terbentuk dengan berbagai cara yaitu karena proses hidrothermal yang dijumpai dalam bentuk vein, metamorfik, sedimenter ataupun residu. Endapan mangan sedimenter merupakan endapan bijih mangan yang banyak dijumpai dan

mempunyai nilai ekonomis. Sifat fisis jenis mineral yang bernilai ekonomis dapat dilihat pada Tabel 1.

Tabel 1. Sifat fisisjenis mineral mangan yang bernilai ekonomis (Riyanto, 1994).

No	Jenis Mineral	Rumus Molekul	Sistem Kristal	Massa Jenis gr.ml	Kekerasan Mo'hs	Warna
1	Pyrolusite	MnO_2	Tetragonal	4,7-4,8	2,0-2,5	Hitam, kelabu
2	Manganite	$MnO.H_2O$ atau MnO.OH	Monoklin	4,2-4,4	3,5-4,0	Hitam, kelabu kecoklatan
3	Psilomelane	$BaMn_2O_{12}H_2O$	Monoklin atau Tetragonal	4,3-5,5	6,0-6,5	Hitam kelabu
4	Hausmannite	Mn_3O_4	Tetragonal	4,7-4,8	4,7-4,8	Hitam kecoklatan
5	Rhodokchosite	$MnCO_3$	Heksagonal	3,3-3,6	3,5-4,5	Kelabu, coklat kehitaman
6	Rhodonite	$MnSiO_3$	Triklin	3,4-3,7	5,0-6,0	Hitam kecoklatan

Hasil penyelidikan menunjukkan bahwa warna bijih mangan yang bervariasi sesuai dengan jenis masing-masing mineralnya. Gambar 4 memperlihatkan kenampakan warna dari mineral bijih mangan *pyrolusite* dan *psilomelane*berupa warna hitam, kelabu, hitam kecoklatan dan coklat kemerah-merahan. Dengan kenampakan kilap yang bermacam-macam pula yaitu seperti kilap kaca, kilap logam dapat pula suram dan gelap.

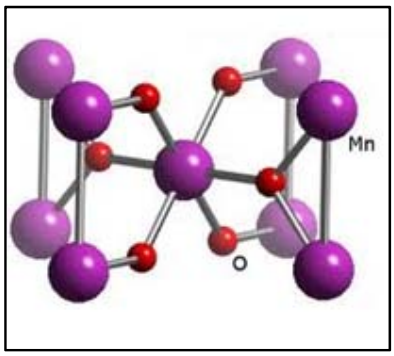
Gambar 4. Kenampakan bijihmangan (Riayanto, 1994)

1. Jenis Mangan Oksida

Beberapa jenis mangan oksida yang bernilai ekonomis tetapi hanya 8 jenis yang sering dijumpai dalam cebakan bijih yang bernilai ekonomis. Adapun karakteristik komposisi mineral dan komposisi kimia dari bijih mangan yang bernilai ekonomis sebagai berikut(Sukandarumidi, 2009):

a) *Pyrolusite* (MnO_2)

Pyrolusite berbentuk kristal tetragonal, tetapi jarang dijumpai di alam dalam bentuk kristal yang sempurna. Senyawa *pyrolusite*bijih mangan sering dijumpai dalam bentuk serat-serat menjari, gumpalan-gumpalan, atau adonan menyerupai lumpur.Menurut Hurlbut (1972)sifat umum dari *pyrolusite* yaitu sistem kristal tetragonal dengan dimensi sel a = 4,39Å dan c = 2,86Å. *Pyrolusite* mempunyai kekerasan 2,0-2,5 dan berat jenis ialah 4,7-4,8g cm^{-3}serta dengan Grup ruang $P4_2$//mnm.Adapun struktur dari *pyrolusite* ditampilkan pada Gambar 5.

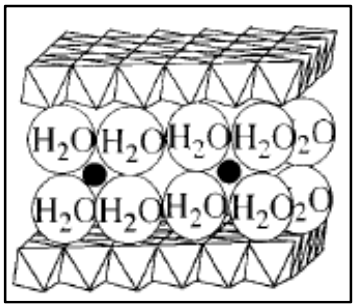


Gambar 5. Struktur tetragonal*pyrolusite*(Purwaningsih, 2012)

Pada Gambar 5 menampilkan bahwa *pyrolusite* memiliki struktur tetragonal. Struktur *pyrolusite*tersebut membuat *pyrolusite* dapat dimanfaatkan dalam berbagai aplikasi pembuatan baterai-sel kering. Karena sebagai oksidator dan juga digunakan sebagai pendepolarisasi pada sel kering baterai (Riyanto, 1994).

b) *Manganite* ($MnO.H_2O$ atau MnO.OH)

Manganite mempunyai sistem kristal monoklinik dan di alam sering dijumpai dalam bentuk batang-batang kecil memanjangatau sebagai gumpalan-gumpalan membulat berwarna gelap (Riyanto, 1994). Menurut Hurlbut (1972) sifat umum dari *manganite* yaitu sistem kristal monoklinikdengan dimensi sel nyaa = 8,84Å, b = 5,23Å, c = 5,74Å. Berat jenis 4,2 - 4,4g cm^{-3}dan grup ruang $B2_1/d$.Adapun struktur *manganite* dapat dilihat pada Gambar 6.

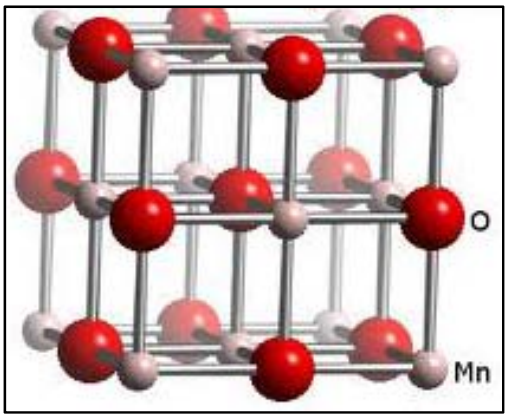


Gambar 6. Struktur monoklinik *manganite*(Q. Feng, 1998)

Berdasarkan bentuk struktur *manganite*pada Gambar 6*manganite*dapat dimanfaatkan sebagai substrat dari material katoda pada baterai litium karna memiliki sifat magnetik dan elektrokimia sangat bagus (Riyanto, 1994).

c) *Bixbyite* (Mn_2O_3)

Bixbyite mempunyai sistem kristal kubik. dengan dimensi sel a = 9,41Å, b = 9,41Å, c = 9,41Åserta grup ruang Ia-3. Kekerasan dan berat jenis *bixbyite* hampir sama dengan *pyrolusite*. Adapun struktur dari *bixbyite* ditampilkan pada Gambar 7.

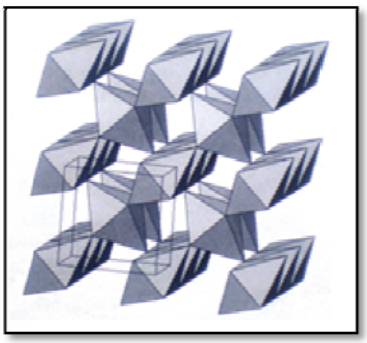


Gambar 7. Struktur kubik *bixbyite*(Purwaningsih, 2012)

Bentuk struktur *bixbyite* yang seperti yang ditampilkan pada Gambar 7 ini membuat *bixbyite*dijadikan katalis yang murah untuk karbon monoksida dan oksidasi polutan organik serta dapat mendekomposisi nitrogen oksida (R. Patrice, 2004).Untuk memperoleh mineral *bixbyite*juga dapat dilakukan dengan cara metoda sol gel (Wahyudi, 2008).

d) *Hausmannite* (Mn_3O_4)

Hausmannite Mempunyai sistem kristal berbentuk tetragonal dengan dengan dimensi sel nya = 5,76Å, b = 5,76Å, c = 9,45Åserta grup ruang 141/amd. Berat jenis 4,7-4,8g cm^{-3}berwarna hitam kecoklatan.*Hausmanite*memiliki kilap seperti logam. *Hausmannite*diaplikasikan sebagai material elektronik magnet keramik dan bahan semikonduktor (Q, Feng, 1999).Gambar 8 menampilkan bentuk struktur *hausmanite.*

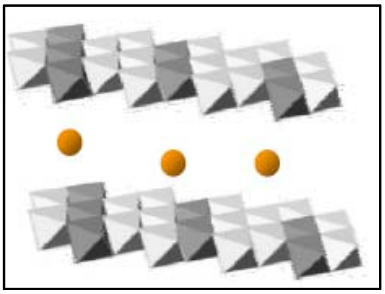


Gambar 8. Struktur tetragonal *hausmannite*(Q. Feng, 1998)

e) *Rhodonite* ($MnSiO_3$)

Rhodonite mempunyai sistem kristal triklin dan memiliki warna hitam kecoklat-coklatan. Adapun karakteristik dari *rhodonite*mempunyai sistem kristal *anorthic* atau triklin dengan dimensi sel a = 7,61Å, b =

11,84Å, c = 6,69Åserta grup ruang P-1. Adapun struktur dari *rhodonite* ditampilkan pada Gambar 9

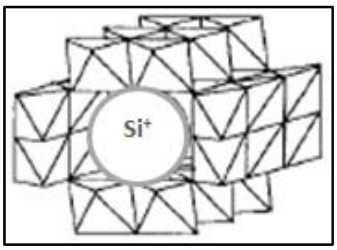


Gambar 9. Struktur triklinik*rhodonite*(Bargar, 2005)

Rhodonite memiliki kekerasan 5-6. Kilap seperti gelap, suram seperti kaca. Dengan demikian *rhodonite* dimanfaatkan pada pembuatan keramik sebagai bahan pewarna pada keramik dan pada gelas sebagai penghilang unsur organik dalam adonan gelas, bahan penghilang warna dengan mengoksidasi ion mangan dan bahan pewarna (Riyanto, 1994).

f) *Braunite*$(Mn_2O_3)_3MnSiO_3$

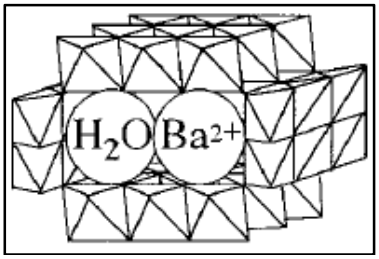
Braunite adalam mangan berkomposisi oksida berwarna coklat kehitaman sering mengandung silika sebanyak 10%. *Braunite* berserabut umumnya dijumpai dalam cebakan sekunder.*Braunite*mempunyai sistem kristal berbentuk tetragonal dengan dengan dimensi sel nya = 9,42Å b = 9,42Å c = 18,67Åserta grup ruang 1-4c2. Berat jenis 4 - 4,2 g cm^{-3}. Adapun struktur dari *braunite* ditampilkan pada Gambar 10.



Gambar 10. Struktur tetragonal *braunite* (Purwaningsih, 2012)

g) *Psilomelane* ($BaMn_2O_{12}H_2O$)

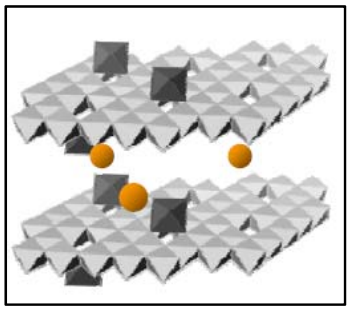
*Psilomelane*berwarna coklat atau hitam dan berkilap seperti logam. Jika di remas mempunyai kesan berminyak. Sifat kristal *psilomelane* tidak begitu jelas, lebih sering bersifat amorf dan sering mengandung unsur-unsur alkalin, seperti Ca, Na, dan Ba dalam proporsi yang tidak stoikiometrik(Riyanto, 1994). Menurut Hurlbut (1972) sifat umum dari *psilomelane*yaitu sistem kristal monoklin dengan dimensi sela = 9,56Å, b = 2,88 Å c = 13,85Å.Berat jenis 4,3-5,5g cm^{-3}dan grup ruang A2/m.Adapun struktur dari *psilomelane* ditampilkan pada Gambar 11.



Gambar11. Struktur monoklin *psilomelane*(Q. Feng, 1998)

h) *Rhodochrosite*($MnCO_3$)

Rhodochrosite dengan sistem kristal benbentuk hexagonal dan biasanya dijumpai dialam dalam bentuk butiran-butiran berwarna merah muda atau pink. *Rhodochrosite* sering berasosiasi dengan sulfida tembaga, perak dan timbal serta mineral-mineral mangan lainya.Menurut Hurlbut (1972) sifat umum dari *rhodochrosite* yaitusistem kristal heksagonaldengan dimensi sel nyaa = 4,78Å, c = 15,67Å. Berat jenis 3,3-3,6g cm^{-3}serta grup ruangnya $R\bar{3}c$.Adapun struktur dari *rhodochrosite* ditampilkan pada Gambar 12.



Gambar 12. Stuktur heksagonal *rhodochrosite*(Bargar, 2005)

Pada Gambar 12 menampilkan bahwa *rhodochrosite* memiliki struktur heksagonal. Struktur rhodochrosite seperti itu membuat *rhodochrosite* dapat dimanfaatkan sebagai material awal untuk membuat senyawa mangan lainnya dan dimanfaatkan sebagai bijih perhiasan dan(Riyanto, 1994).

2. Aplikasi Mangan Oksida

Penelitian mangan oksida yang sangat ekstensif sebagai material elektroda pada Superkapasitor Elektrokimia (Wei, 2007), *hazardous waste*

remediation, dan *rechargeable battery technology* telah dilakukan (Ching, 2004). Sejalan dengan perkembangan ilmu pengetahuan dan teknologi dalam komputer *laptop*, *cellular phone*, kamera digital dan *electric vehicle,* permintaan dalam penggunaan baterai sekunder Li-ion mengalami peningkatan. Hal ini disebabkan karena litium mangan oksida memiliki karakteristik profil dengan tegangan (*voltage*) yang sangat bagus, harga relatif murah dan aman bagi lingkungan dibandingkan dengan penggunaan material $LiCoO_2$ dan $LiNiO_2$ (Eriksson, 2003) sehingga sangat banyak digunakan sebagai katoda pada material baterai sekunder Li-ion (Zhanqiang, 2003).

C. Suhu Sintering

Proses sinter (sintering) merupakan penggabungan partikel-partikel serbuk melaluipeningkatan ikatan antar partikel yang berdekatan pada saat suhu meningkat.Sintering merupakan metode pembuatan material dari serbuk dari logam maupun non logam dengan pemanasan sehingga terbentuk ikatan partikel (Setiyanto, 2009 dalam Putri, 2011).Pengikatan bersama antar partikel terjadi pada suhu tinggi.

Unsur logam dan non logam diperoleh dari bijihnya melalui proses oksidasi-reduksi pada proses sinter. Pengertian reaksi oksidasi-reduksi dapat dilihat dari berbagai aspek yaitu reaksi pengikatan dan pelepasan unsur oksigen, reaksi pelepasan dan pengikatan elektron.

Pada dasarnya sintering adalah peristiwa penghilangan pori-pori antara partikel bahan, pada saat yang sama terjadi peningkatan ikatan antar partikel berdekatan, sehingga menghasilkan bahan yang lebih rapat (Ramlan, 2011).Bahan

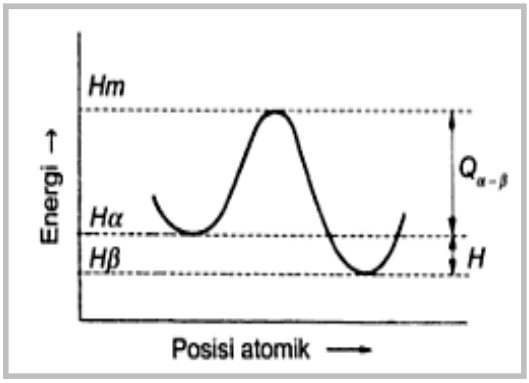
yang telah disintering didinginkan secara perlahan agar atom-atom dalam bahan tersebut dapat tersusun secara teratur menempati kisi-kisinya membentuk suatu kristal. Dengan proses sinter bahan akan mengalami perubahan fisis seperti perubahan fasa, struktur dan ukuran butir.

Waktu oksidasi-reduksi juga berpengaruh bila suhu yang digunakan sama, artinya makin lama waktu pemanasan, reaksi semakin sempurna. Suhu dan waktu pada proses oksidasi-reduksi dapat mempengaruhi karakteristik bijih yang dihasilkan baik serbuk hasil oksidasi-reduksi. Proses oksidasi-reduksi berguna untuk mengetahui lebih lanjut karakeristik serbuk yang dihasilkan.

1. Pengaruh Suhu Sintering Terhadap Fasa

Perubahan fasa mencakup distribusi ulang atom dalam bahan dan kinetika perubahan bergantung pada laju perpindahan atom. Fasa yaitu material yang memiliki struktur dan komposisi yang berbeda dari yang lainnyadalam hal struktur atau komposisi. (Van Vlack, 1995). Menurut teori Van Vlack (1995) apabila suatu atom memiliki cukup energi untuk melepas ikatanya maka akan terjadi proses difusi, yakni atom-atom melompat keposisi baru.Difusi atom terjadi saat proses sinter berlangsung disebut juga transportasi atom.

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 13.

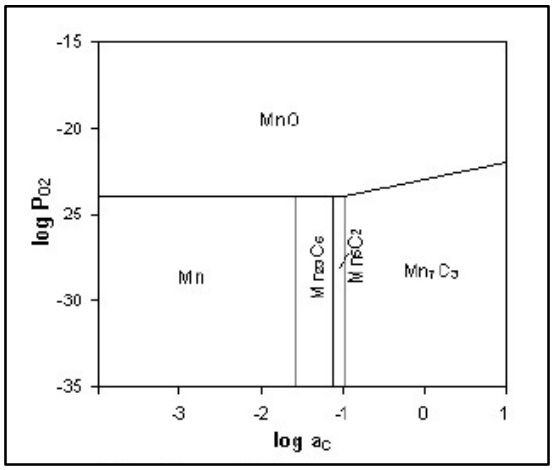


Gambar 13. Hambatan energi yang memisahkan keadaan fasa
(Smallman, 2000)

Hambatan potensial yang harus dilalui atom ini diakibatkan oleh gaya interatomik yang bergerak, kelompok atom yang berada didekatnya, dan atom yang berada dilokasi baru. Pada Gambar 13 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 maka akan terjadi perubahan fisika seperti perubahan fasa (Smallman, 2000).

Umumnya dua fasa dari suatu material tertentu memiliki perbedaan nyata, baik dalam komposisi maupun struktur. Suatu campuran adalah material dengan lebih dari satu fasa. Jumlah fasa kristalin cukup banyak sekali permutasi dan kombinasi atom-atom, atau kelompok-kelompok atom. Fasa amorf relatif sedikit karena tidak memiliki tatanan rentang-panjang, susunan atomik dari fasa di sini kurang jelas dan terdapat rentang kelarutan yang lebih besar dibandingkan dengan kristal-kristal (Van Vlack,2004).

Suhu sintering berpengaruh terhadap fasa suatu zat.Istilah “fasa” berkaitan dengan keadaan materi yang terpisah dan dapat diidentifikasi. Istilah ini dapat diterapkan pada material kristalin maupun nonkristalin dan merupakan cara yang mudah untuk menyatakan fasa materi (Smallman, 2000). Pemilihan suhusintering biasanya berdasarkan diagram fasa dari bahan.



Gambar 14. Diagram kesetimbangan bijih mangan
(Ostrovski, 2004)

Selain dengan menggunakan diagram fasa, alur pemanasan bahan dapat dilakukan dibawah titik lebur bahan (Ramlan, 2002). Titik lebur mangan sekitar 1567℃ (Hans, 1960).

Ketika diberikan suhu sintering, maka fasa akan terurai menjadi beberapa fasa. Menurut Grimsley (1977) jika ditinjau dari rumus kimia fasa-fasa dari bijih mangan akan menghasilkan reaksi sebagai berikut :

$$Mn + O_2 \rightarrow MnO_2 \quad (1)$$

$$4MnO_2 \rightarrow 2Mn_2O_3 + O_2 \ (700\text{-}800\ ^oC) \quad (2)$$

$$6Mn_2O_3 \rightarrow 4Mn_3O_4 + O_2 (800\text{-}1000\ ^oC) \quad (3)$$

$$MnO_2 + SiO_3 \rightarrow MnSiO_3 + O_2 \quad (4)$$

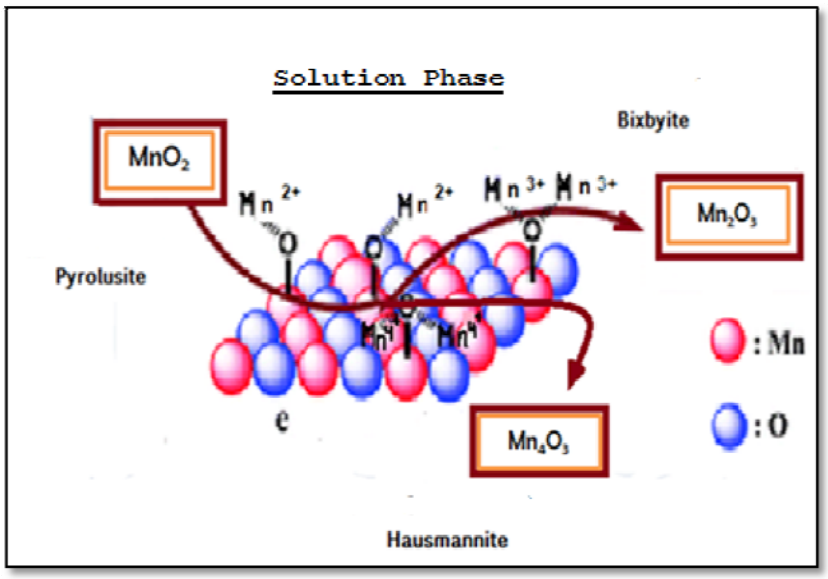
$$3Mn_2O_3 + MnSiO_3 \rightarrow (MnO_3)_3MnSiO_3 \quad (5)$$

Oksida-oksida MnO_2, Mn_2O_3 dan Mn_3O_4 telah dipelajari secara ekstensif oleh Kuo and Persson (1954). Perubahan fasa mangan oksida tersebut bergantung pada suhu sehingga terjadi pelepasan oksigen dari suatu senyawa yang disebut proses reduksi dan peristiwa pelepasan elektron yang disebut proses oksidasi.Perubahan fasa bergantung pada suhu sehingga terjadi pelepasan oksigen dari suatu senyawa yang disebut proses reduksi dan peristiwa pelepasan elektron yang disebut proses oksidasi.

Grimsley (1997) mengatakan reaksi reduksi pada senyawa mangan oksida terjadi pada rentang suhu 700-1000 ^oC. Reaksi oksidasi akan makin sempurna jika ada tambahan panas dari luar, sehingga suhu oksidasi-reduksi berpengaruh terhadap reaksi. Dimana makin tinggi suhu, maka reaksi makin sempurna karena kecepatan difusinya lebih besar (Sigit, 2005).

Menurut Kanungo (1979) perubahan fasa dari *pyrolusite* menjadi *bixbyite*terjadi pada daerah suhu 500-700^oC. Wahyudi (2008) yang telah berhasil mensintesis oksida mangan menggunakan proses sol gel dengan variasi suhu. Sampel *pyrolusite*dipanaskan pada suhu 400^oC dan berubah menjadi fasa *hausmannite.* Sementara pada suhu 500^oC dan 600^oC diperoleh fasa *bixbyite*.Sherly (2003) memaparkan bahwa fasa *pyrolusite* dapat menjadi fasa *bixbyite* pada suhu diatas 500^oC. Terdapatnya perbedaan suhu sintering dalam perubahan fasa *pyrolusite* menjadi *bixbyite*, disebabkankarena adanya kandungan unsur-unsur lain yang terdapat pada *pyrolusite*.

Terjadinya perubahan fasa akibat perubahan suhu disebabkan oleh tumbuh dan berubahnya salah satu fasa pada bijih mangan. Mineral mangan oksida merupakan mineral yang terbentuk dari kombinasi unsur mangan dengan gugus anion oksida (O). Mineral mangan oksida terbentuk sebagai akibat persenyawaan antara oksigen dan unsur mangan.Reaksi transformasi *pyrolusite* ke *bixbyite*, diawali pada *pyrolusite* dibangun atas Ion Mn^{2+} tersusun dengan pola tetragonal dan ion Mn^{3+} tersusun secara kubik. Gambar 15 memperlihatkan tranformasi fasa mangan oksida akibat pemberian energi panas sintering.



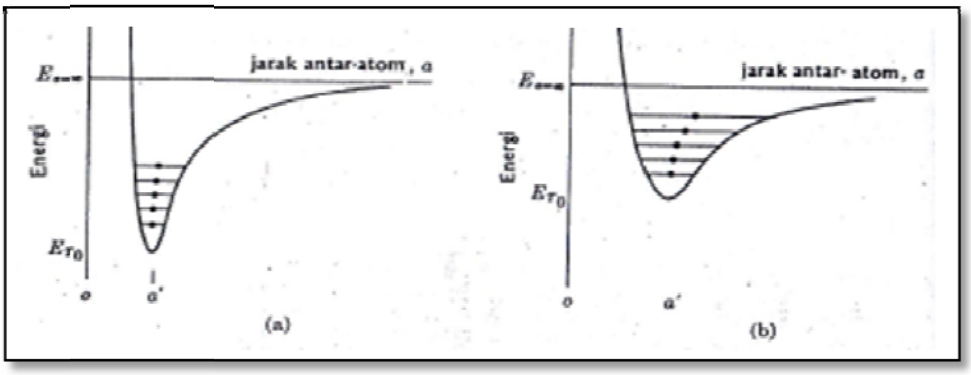
Gambar 15. Tranformasi fasa mangan oksida akibat pemberian energi panas sintering(Zhao, 2014)

Akibat pemberian energi panas menyebabkan atom-atom bijih mangan yaitu*pyrolusite* bergetar. Pada saat itu terjadi perpindahan kation ke permukaan kristal dan bersamaan dengan itu terjadi kekosongan kation. Pada permukaan

kristal ion Mn^{2+} teroksidasi menjadi ion Mn^{3+} (Grimsley, 1977). Ion Mn^{2+} mengalami interaksi dengan melepas oksigen untuk membentuk tepi *bixbyite*.

2. Pengaruh Suhu Sintering Terhadap Struktur

Berubahnya struktur dari material akibat suhu 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 16.

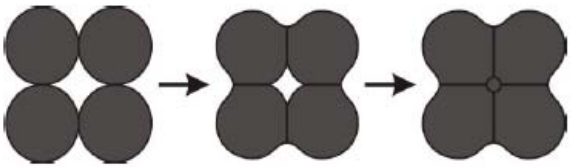


Gambar 16. Energi dan pemuaian,a. Bahan padat dengan ikatan kuat dan b. Bahan padat dengan ikatan lemah(Van Vlack, 1995).

Gambar 16 memperlihatkan pengaruh energi terhadap jarak antar. Semakin besar energi yang diberikan maka jarak antar atom akan semakin menjauh. Berubahnya jarak antar atom maka akan mempengaruhi struktur dari material. Untuk suatu level energi tertentu (suhu), atom-atom dapat saling menjauhi dengan lebih mudah dan lebih sulit untuk menekannya. Pengaruh energi terhadap jarak antar atom, yaitu semakin besar energi yang diberikan maka jarak antar atom akan semakin menjauh. Berubahnya jarak antar atom maka akan mempengaruhi struktur dari material.

3. Pengaruh Suhu Sintering Terhadap Ukuran Butir

Suhu sintering ini berpengaruh terhadap ukuran butir yang dihasilkan.Semakin tinggi suhu yang digunakan semakin bertambah pula ukuran butir yang dihasilkan.Bertambah besarnya ukuran butir ini disebabkan oleh suhu pemanasan yang semakin bertambah.Saat proses pemanasanberlangsung terjadi penggabungan partikel-partikel serbuk melalui peningkatan ikatan antar partikel yang berdekatan pada saat suhu meninggkat. Dalam proses sintering 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 dapatdilukiskan seperti pada Gambar 17.



Gambar 17.Perubahan struktur mikro saat sintering(Ramlan, 2011)

Pada Gambar 17 terlihat nntara 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).Suhu pemanasan yang terus meningkat mengakibatkan semakin besar proses oksidasi dari sampel yang mengakibatkan ukuran butir kristal semakin besar. Setelah dilakukan proses sintering terhadap

sampel maka ikatan antar serbuk akan semakin kuat. Meningkatnya ikatan bahan menjadi lebih kompak. Dalam hal ini ukuran butir juga berpengaruh terhadap kompaktibilitas bahan.

Selain suhu, Penggerusan yang dilakukan terhadap bahan juga akan menyebabkan terjadi pergeseran sudutpuncak difraksi (*Bragg angles*) pada pola difraksi. Pergeseran yang terjadi yaitu sudut difraksimenjadi lebih besar. Semakin lama bahan digiling maka sudut puncak difraksi semakin besar. Selama proses penggerusan mengubah sampel dengan ukuran butir yang besar menjadi bentuk serbuk yang memiliki ukuran butir kecil (Yunasfi,2002).

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

$$D = 0.9\,\lambda / B\,\mathrm{Cos}\,\theta \qquad (6)$$

Keterangan:

D : Ukuran butir

λ : panjang gelombang

θ : sudut difraksi

B : 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.

Variasi suhu berpengaruh terhadap ukuran butir kristal, pengaruh suhu terhadap ukuran butir dipaparkan oleh beberapa peneliti diantaranya Wahyudi

(2008) menunjukkan perubahan struktur. Struktur berubah dari tetragonal menjadi orthorombik dengan ukuran butir yang didapatkan 25nm.Sementara itu produk yang didapatkan pada suhu sintering 500℃ adalah Mn_2O_3 atau fasa (*bixbyite*) dengan strukturorthorombik, memiliki ukuran butir sebesar 27-28 nm (Saridewi,2006). Lain halnya yang dilakukan Sherly (2013) ukuran kristal *manganite* pada suhu 500℃ adalah 54 nm.

Terjadinya pertambahan besar ukuran butir disebabkan oleh meningkatnya temperatur sehingga proses difusi dan oksidasi semakin besar pula, akibatnya semakin banyak nukleus-nukleus *bixbyite* yang terbentuk. Semakin lama pemanasan maka nukleus-nukleus ini akan saling menyatu dan membentuk ukuran butir kristal yang besar (Cornell, 2003). Hal ini sesuai dengan pendapat Abdullah(2008)ukuran partikel menjadi besar akibat penyatuan sejumlah nanopartikel selama proses pemanasan.

D. Kristalografi

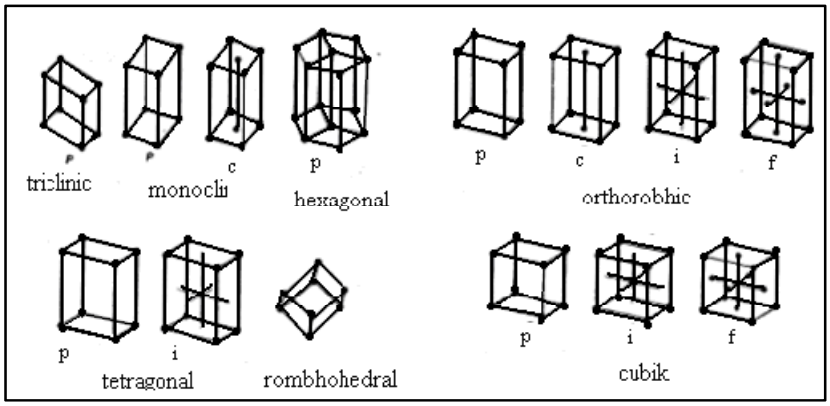
1. Sistem atau Struktur Kristal

Karakteristik bahan kristal ditentukan oleh ikatan atomik dalam kristal, orientasi bidang kristal, jarak antar bidang kristal dan sistem kristal (Abdullah,2012). Susunan khas atom-atom dalam kristal disebut sistem kristal atau 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*). Suatu kristal yang terdiri dari jutaan atom dapat dinyatakan dengan ukuran, bentuk,

dan susunan sel satuan yang berulang dengan pola pengulangan yang menjadi ciri khas dari suatu kristal (Istiyono, 2000).

Menurut Abdullah (2012) pola dasar atau pola geometri dari kristal dapat diilustrasikan dalam bentuk yang sederhana yang disebut kisi. Kisi merupakan posisi dimana atom-atom penyusun kristal berada. Susunan kisi yang periodik akan membentuk sistem kristal (struktur kristal) dalam bentuk tiga dimensi. Kisi dapat dikatakan sebagai susunan sejumlah besar sel satuan yang susunannya sama, letaknya berdampingan satu sama lainnya, seperti tumpukan keping bijih 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 (Abdullah, 2012).

Gambar 18 merupakan visualisasi struktur kristal yang sesuai dengan nilai a, b, c dan α, β dan γ pada Tabel 2 yang memuat tujuh sistem kristal, kisi bravais, parameter kisi a, b, c dan α,β dan γ .



Gambar 18. Tujuh sistem kristal dengan empat belas kisi bravais (Abdullah, 2012)

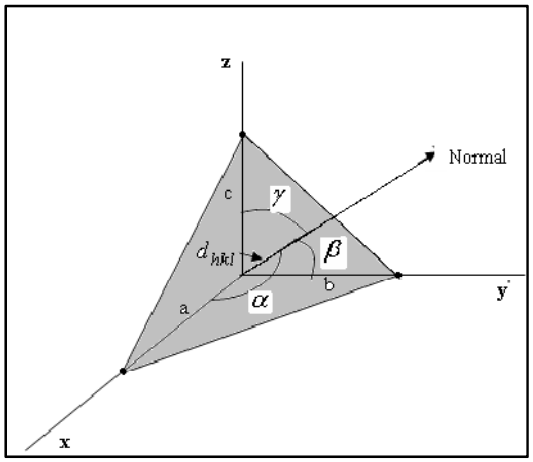
Tabel 2. Tujuh sistem kristal dan empat belas kisi Bravais (Van Vlack, 2004).

No	Sistem Kristal	Parameter Kisi	Kisi Bravais	Simbol
1	Kubik	a = b= c $\alpha = \beta = \gamma = 90^0$	Simpel Pusat badan Pusat muka	P I C
2	Monoklinik	a ≠ b ≠ c $\alpha = \beta = 90^0 \neq \gamma$	Simpel Pusat Dasar	
3	Triklinik	a ≠ b ≠ c $\alpha = \beta = 90^0 \neq \gamma$	Simpel	P
4	Tetragonal	a = b ≠ c $\alpha = \beta = \gamma = 90^0$	Simpel Pusat Badan	P I
5	Orthorombik	a ≠ b ≠ c $\alpha = \beta = \gamma = 90^0$	Simpel Pusat Dasar Pusat Badan Pusat Muka	P C I F
6	Trigonal/Rhombohedral	a = b= c $\alpha = \beta = 90^0, \gamma = 120^0$	Simpel	P
7	Rhombohedral	a = b ≠ c $\alpha = \beta = 90^0, \gamma = 120^0$	Simpel	P

Kisi-kisi pada Gambar 18 mendefenisikan suatu pengulangan titik yang periodik. Kita dapat menggantung atom-atom, molekul-molekul, atau kombinasi atom lain di titik-titik kisi. Struktur kristal terbentuk dari ikatan atom-atom penyusun kristal dan oreintasi bidang kristal (Abdullah, 2012).

2. Jarak Antar Bidang Kristal (d_{hkl})

Jarak antar bidang kristal merupakan jarak atom antar permukaan kristal yang saling berdekatan. Jarak antar bidang kristal dari indeks Miller ditulis dengan simbol d_{hkl}. Untuk menentukan nilai d_{hkl} suatu kristal digunakan persamaan d_{hkl} yang sesuai dengan struktur kristal tersebut. Gambar 19. menggambarkan jarak antara bidang kristal yang saling tegak lurus.



Gambar 19. Jarak antar bidang d_{hkl} (Abdullah, 2012)

Pada Gambar 19 dapat dihitung d_{hkl} dengan menarik garis normal dari pusat koordinat menuju bidang kristal. Sudut garis normal dengan sumbu x adalah α , dengan sumbu y adalah β dan dengan sumbu z adalah γ. 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).

Tabel 3. Persamaan untuk menentukan jarak antar bidang-bidang kristal (hkl) pada ke tujuh kisi Bravais

No	**Sistem Kristal**	**Rumus Parameter Kisi**
1	**2**	**3**
1	Kubik	$\frac{1}{\alpha^2} = (\frac{h^2+k^2+l^2}{\alpha^2})$
2	Monoklinik	$\frac{1}{\alpha^2} = \frac{1}{sin^2\beta}(\frac{h^2}{a^2} + \frac{k^2 sin^2\beta}{b^2} + \frac{l^2}{c^2} - \frac{2hlcos\beta}{ac})$
3	Trikinik	$\frac{1}{\alpha^2} = \frac{1}{v^2}(S_{11}h^2 + S_{22}k^2 + S_{33}l^2 + 2S_{12}hk + 2S_{23}kl + 2S_{31}hl)$
4	Tetragonal	$\frac{1}{\alpha^2} = \frac{h^2+k^2}{\alpha^2} + \frac{l^2}{c^2}$
5	Orthorombik	$\frac{1}{\alpha^2} = \frac{h^2}{\alpha^2} + \frac{k^2}{b^2} + \frac{l^2}{c^2}$
6	Rombohedral	$\frac{1}{\alpha^2} = \frac{(h^2+k^2+l^2)sin^2\alpha + 2(hk+kl+hl)(cos^2\alpha)}{\alpha^2(1-3cos^2\alpha+2cos^3\alpha)}$

1	2	3
7	Trikinik	$\frac{1}{\alpha^2} = \frac{1}{v^2}$ ($S_{11}h^2 + S_{22}k^2 + S_{33}l^2$+2$S_{12}$hk+2$S_{23}$kl +2$S_{31}$hl) Dengan V = volume satuan sel $S_{11} = b^2c^2sin^2\alpha$ $S_{22} = a^2c^2sin^2\beta$ $S_{33} = a^2b^2sin^2\gamma$ S_{12} = abc^2(cos α cos β − cos γ) S_{23} = a^2bc (cos β cos γ − cos α) S_{31} = ab^2c (cos γ cos α − cos β)

E. *X-Ray Diffraction* (XRD)

Rosana, dkk (2003) dalam buku yang berjudul Konsep Dasar Fisika Modern mendefinisikan sinar-x adalah gelombang elektromagnetik dengan panjang gelombang yang sangat pendek, sekitar 1 angstrom. Beiser (1987) dalam buku Konsep Fisika Modern menyebutkan bahwa sinar-x adalah gelombang elektromagnetik frekuensi tinggi yang dapat diukur melalui metode difraksi. Menurut Pratapa (2004) difraksi merupakan proses hamburan sinar-x oleh bahan 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, pola difraksi yang terbentuk menyatakan karakteristik dari sampel. Susunan ini diidentifikasi dengan membandingkannya dengan sebuah *data base* internasional (Zakaria, 2003).

1. Difraksi Bragg

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 (Pratapa, 2004)

Persyaratan yang harus dipenuhi agar berkas sinar-x yang dihamburkan merupakan berkas difraksi dikenal sebagai Hukum Bragg. Hukum Bragg menyatakan bahwa perbedaan lintasan berkas difrasi sinar-x harus merupakan kelipatan panjang gelombang, secara matematis dirumuskan pada persamaan (Cullity, 1987):

$$d = \frac{\lambda}{2 \sin \theta} \qquad (7)$$

ket: n : bilangan bulat 1, 2, 3

λ : panjang gelombang sinar

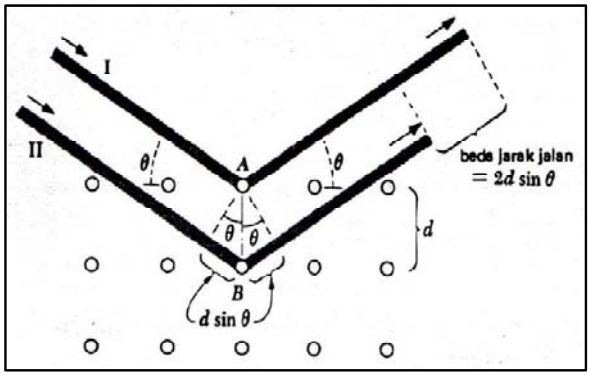
θ : sudut difraksi.

d : jarak

Persamaan (7) dikenal sebagai Hukum Bragg, yang merupakan persyaratan yang harus dipenuhi agar berkas sinar-x yang dihamburkan merupakan berkas difraksi. Saat keadaan ini membentuk pola interferensi yang saling menguatkan untuk sudut-sudut yang memenuhi hukum Brag. Gejala ini dapat diamati pada grafik hubungan antara intensitas spektrum karakteristik sebagai fungsi sudut 2θ.

Seberkas Sinar-x yang dijatuhkan pada sampel (kristal) berdasarkan persamaan Bragg memperlihatkan bidang kristal itu akan membiaskan sinar-x yang memiliki panjang gelombang sama dengan jarak antar atom dalam kristal. Bidang kristal yang terdapat pada dalam sampel akan membuat intensitas pembiasan yang dihasilkan akan semakin kuat, sehingga puncak-puncak pada pola *X-Ray Diffraction* akan semakin jelas dan setiap puncak akan mewakili satu bidang kristal (Cullity, 1987).

Menurut Bragg berkas yang terdifraksi oleh kristal terjadi jika pemantulan oleh bidang sejajar atom menghasilkan interferensi konstruktif. Pemantulan sinar-x oleh sekelompok bidang paralel dalam kristal pada hakekatnya merupakan gambaran dari difraksi atom-atom kristal. Difraksi atom-atom kristal sebagai pantulan sinar-x oleh sekelompok bidang-bidang paralel dalam kristal seperti terlihat pada Gambar 20. Arah difraksi sangat ditentukan oleh geometri kisi, yang bergantung pada orientasi dan jarak antar bidang kristal.



Gambar 20. Diffraksi Bragg (Beiser, 1992)

Gambar 20 menunjukkan seberkas sinar mengenai atom A pada bidang pertama dan B pada bidang berikutnya. Jarak antara bidang A dengan bidang B adalah *d*. Berkas-berkas tersebut mempunyai panjang gelombang *λ*, dan jatuh pada bidang kristal dengan jarak *d* dan sudut *θ*. Agar mengalami interferensi konstruktif, kedua berkas tersebut harus memiliki beda jarak nλ. Sedangkan beda jarak lintasan kedua berkas adalah *2d sin θ*. Interferensi konstruktif terjadi jika beda jalan sinar adalah kelipatan bulat panjang gelombang *λ*, sehingga dapat dinyatakan dengan persamaan:

$$n\lambda = 2d_{hkl} \sin\theta \quad (8)$$

Pernyataan ini adalah hukum Bragg. Pemantulan Bragg dapat terjadi jika ≤ 2d, karena itu tidak dapat menggunakan cahaya kasat mata, dengan *n* adalah bilangan bulat = 1,2,3, ... (Beiser, 1992). Arah berkas yang dipantulkan 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 sebagaiberikut:

$$\frac{1}{\alpha^2} = \left(\frac{h^2+k^2+l^2}{\alpha^2}\right) \quad (9)$$

Dengan menerapkan hukum Bragg dari Persamaan (7) dan mensubtitusikan ke persamaan (8), sehingga diperoleh persamaan:

$$\frac{4\,sin^2\theta}{\lambda^2} = \left(\frac{h^2+k^2+l^2}{\alpha^2}\right) \quad (10)$$

$$sin^2\theta = \frac{\lambda^2}{4\alpha^2}(h^2 + k^2 + l^2 \quad (11)$$

a, b, dan *c* adalah parameter kisi dan *h k l* adalah indeks untuk menyatakan arah bidang kristal (indeks miller). Dari Persamaan (7), parameter kisi dan kristal dapat ditentukan. Untuk menentukan parameter kisi *a* = *b* = *c*, akan diperoleh persamaan :

$$sin^2\theta . 4\,\alpha^2 = \lambda^2(h^2 + k^2 + l^2) \quad (12)$$

$$\alpha = \frac{\lambda}{sin\theta}\sqrt{\frac{h^2 + k^2 + l^2}{4}} \quad (13)$$

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 (Pratapa, 2004).

2. *Faktor Struktur*

Faktor struktur digunakan untuk menentukan intensitas hamburan oleh struktur atom tertentu.Faktor struktur yang merupakan penjumlahan dari gelombang yang terhambur oleh individu-individu partikel. Dapat dituliskan pada persaamaan 14:

$$F_{hkl} = \sum_1^N f n\, e^{2\pi i\,(hu + kv + lw)} \quad (14)$$

Keterangan:

f : faktor hamburan

F: faktor struktur

N: Jumlah gelombang terhambur

h,k,l : bidang kristal

u,v,w : koordinat atom

Faktor struktur menentukan intensitas yang muncul pada difraktogram yang berperan penting dalam menentukan karakteristik dari kisi kristal. Dimana intensitas yang muncul sebanding dengan faktor struktu. Hal ini sesuai dengan persamaan 15.

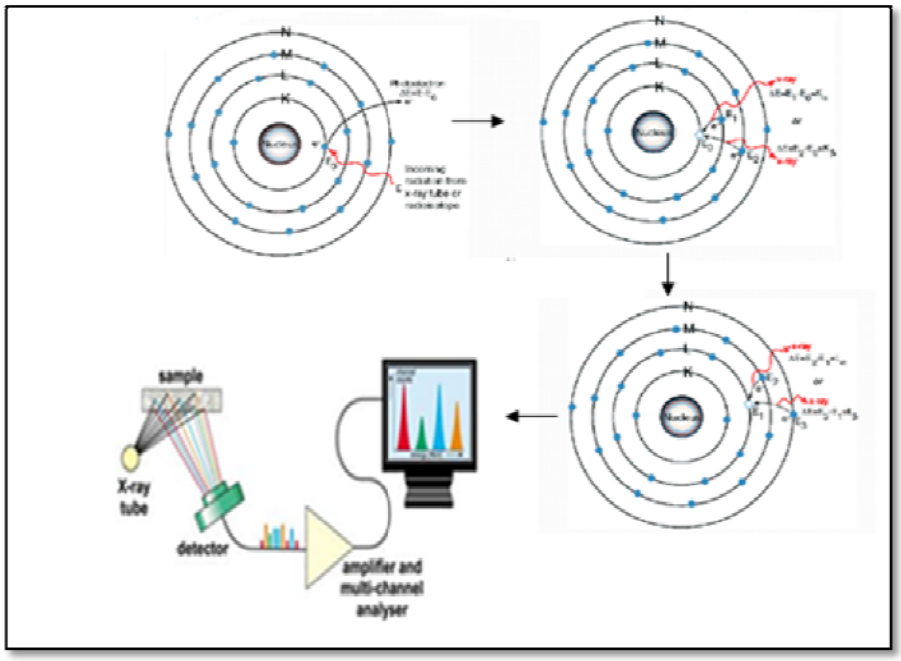
$$I = |f|^2 \, p \left(\frac{1+cos^2 2\theta}{sin^2\theta \, cos\theta}\right) \quad (15)$$

Dimana I adalah intensitas, f adalah faktor struktur, p adalah faktor multiplisitas dan θ adalah sudut bragg (Cullity, 1956).*Faktor struktur (F) adalah pengaruh struktur kristal pada intensitas berkas yang didifraksikan (Cullity, 1956). Faktor struktur menentukan intensitas yang muncul pada difraktogram yang berperan penting dalam menentukan karakteristik dari kisi kristal. Nilai faktor struktur bergantung pada arah difraksi*

F. *X-Ray Fluorescence* (XRF)

Menurut Jenkins (1988) X-Ray Fluoresensi (XRF) merupakan salah satu metode analisis tidak merusak yang digunakan untuk analisis unsur dalam bahan secara kualitatif dan kuantitatif. Analisis kualitatif memberikan informasi jenis unsur yang terkandung dalam bahan yang dianalisis, yang ditunjukkan oleh

adanya spektrum unsur pada energi sinar-x karakteristiknya. Sedangkan analisis kuantitatif memberikan informasi jumlah unsur yang terkandung dalam bahan yang ditunjukkan oleh ketinggian puncak spektrum. Pada Gambar memperlihatkan prinsip kerja metode analisis XRF berdasarkan terjadinya tumbukan atom-atom pada permukaan sampel (bahan) oleh sinar–X dari sumber sinar–x (Manual EDXRF DX-95, 1993). Analisis menggunakan XRF dilakukan berdasarkan identifikasi dan pencacahan sinar-x karakteristik yang terjadi dari peristiwa efek fotolistrik. Efek fotolistrik terjadi karena elektron dalam atom target (sampel) terkena sinar berenergi tinggi (radiasi gamma, sinar-x).

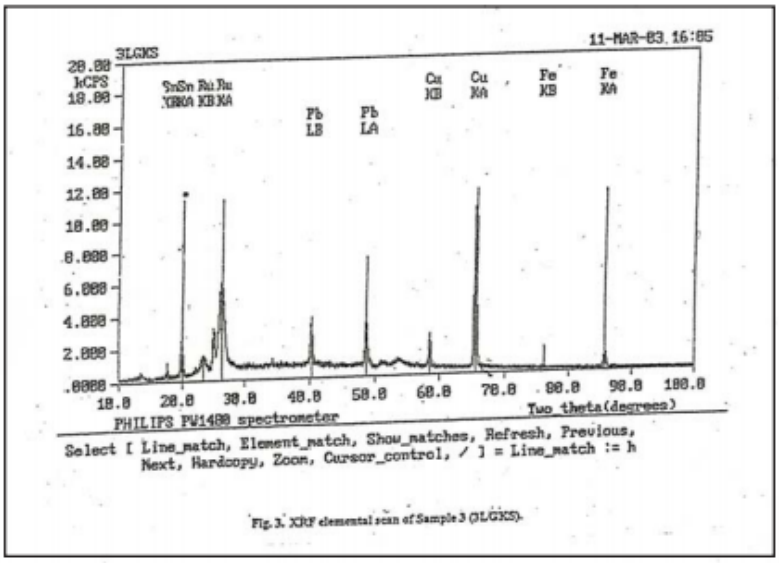


Gambar 21. Proses terjadi sinar-x pada alat XRF (Jamaludin, 2012)

Berdasarkan Gambar 21Bila energi sinar tersebut lebih tinggi daripada 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 yang berupa sinar-x (Manual EDXRF DX-95, 1993). Sinar-x yang dihasilkan merupakan suatu gabungan spektrum. Spektrum ini dikenal sebagai spektrum sinar-x karakteristik.

Masrukan (2007) memaparkan metode analisissuatu bahan dengan yang hasil ujinya berupa spektrum (Kurva) sumbu X-Y. Pengujian menggunakan alat XRF akan diperoleh hubungan 2 parameter yaitu sumbu X (horizontal) berupa energi unsur (keV) dan sumbu Y (vertikal) berupa intensitas cacahan perdetik (kcps/ kilo count per second) seperti yang ditunjukkan pada Gambar 22 .



Gambar 22. Grafik Kandungan Logam Besi Sampel loceng Gangsa Kalang, Selangor (Jusoh, 2010)

Gambar 22 menerangkan informasi kandungan unsur suatu bahan yang dinyatakan dalam intensitas dengan satuan kcps. Kcps diartikan *Kilo Count Per Second*, yaitu kadar jumlah bacaan bagi item sesuatu barang/ benda/ komponen tertentu dengan menggunakan kaedah analisis XRF atau banyaknya sinar x yang

dipancarkan. Komponen unsur yang banyak terdapat pada sampel ditunjukan pada Kurva yang nilai kcpsnya tinggi. Jika bacaan kcps yang rendah mewakili unsur yang sedikit saja dari segi jumlah yang terdapat dalam sampel (Jusoh, 2010).

Secara umum XRF mengukur panjang gelombang komponen material secara individu dari emisi flourosensi yang dihasilkan sampel saat diradiasi dengan sinar-x (PANalytical, 2009). Prinsip kerja XRF yaitu sinar-xfluoresensi yang dipancarkan oleh sampel dibangkitkan dengan energi listrik dari sumber tegangan. Jika radiasi sinar-xmengenai suatu bahan maka elektron dalam bahan tersebut akan tereksitasi ke tingkat energy yang lebih rendah, sambil memancarkan sinar-xkarakteristik. Sinar-xkarakteristik ini ditangkap oleh detektor diubah ke dalam sinyal tegangan (*voltage*), diperkuat oleh Preamp dan dimasukkan ke analizer untuk diolah datanya (Rosika, 2007)

BAB V

PENUTUP

A. Kesimpulan

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan dapat ditarik beberapa kesimpulan sebagai berikut:

1. Kandungan bijih mangan yang terdapat di Nagari Kiawai Kecamatan Gunung Tuleh Kabupaten Pasaman Barat Sumatera Barat dengan menggunakan *X-Ray Fluorescence* (XRF) yaitu 84,139% sebagai unsur Mn dan78,228% sebagai mangan oksidaMnO_2.
2. Variasi suhusintering pada bijih mangan yang terdapat di daerah Kiawaiberpengaruh terhadap fasa bijih mangan yang terbentuk. Untuk sampel tanpa disintering ditemukan 2 jenis fasa mangan oksida yaitu *pyrolusite* dan *coesite*Pada suhu sampel 600℃ ditemukan 4 jenis fasa mangan oksida meliputi *bixbyite,rhodonite, braunite dan coesite*. Sampel 700℃ dan 800℃ terdapat 4 jenis fasa mangan oksida seperti *bixbyite,rhodonite, braunite, hausmannite*. Untuk sampel 900℃terdapat 3 jenis fasa mangan oksida seperti *hausmannite, bixbyite, braunite*. Sementara sampel 1000℃ hanya ditemukan 2 fasa mangan oksidayaitu *hausmannite dan braunite*.
3. Variasi suhusintering pada bijih mangan yang terdapat di Daerah Kiawai mempengaruhi perubahan struktur bijih mangan yang terbentuk. Perubahan struktur yang terjadi ialahfasa *pyrolusite* berstruktur tetragonal dengan unit sel a=b 4,4000 Å dan c= 2,8700Å ke fasa *bixbyite* berstruktur

kubik dengan unit sel a=b=c= 9,4091 Å kemudian ke fasa *hausmannite* berstruktur tetragonal a=b=5,7630 Å dan c=9,4560Å.

4. Pemberian variasi suhusintering pada bijih mangan yang terdapat di daerah Kiawai mempengaruhi ukuran butir mangan oksida yang terbentuk. Ukuran butir *pyrolusite* sebelum dipanaskan diperoleh sebesar 43nm, pada suhu sintering 600℃*pyrolusite* berubah fasa menjadi *bixbyite*.Ukuran butir fasa *bixbyite* pada temperatur 600℃, 700℃, 800℃ yaitu 68,3 nm, 46,1 nm 54,1 nm. Untuk fasa *rhodonite*, pada sampel 600℃ sampai 800℃mengalami penurunan dan kenaikan ukuran butir. Berbeda dengan fasa *hausmannite* untuk sampel 700-800℃,800-900℃, 900-1000℃ini mengalami peningkatandari 39,7 nm menjadi 65,7 nm, 65,7 nm menjadi 70nm, 70nm menjadi 79nm.

B. Saran

Adapun saran yang dapat disampaikan penulis berdasarkan hasil penelitian adalah mengenai struktur morfologi dari sampel bijih mangan. Hal ini karena metode *x-ray diffraction* tidak bisa mendeskripsikan struktur morfologi dengan baik. Oleh sebab itu sebaiknya dilakukan penelitian lanjutan mengenai struktur morfologi menggunakan metode SEM (*Scanning Electron Microscopy*) dan *Photomicrograf*.Hasil karakterisasi dari SEM dianalisis lebih lanjut dengan *energy dispersive x-ray analyzer* agar dapat menganalisis komposisi mineral bijih mangan.