

**UJI XRD DAN XRF PADA BAHAN MENERAL
(BATUAN DAN PASIR) SEBAGAI SUMBER MATERIAL CERDAS (CaCO₃ DAN SiO₂)**

Munasir^{1,2}, Triwikantoro², M. Zainuri², Darminto²

¹Jurusan Fisika Universitas Negeri Surabaya, email: munasirmisc@yahoo.com

²Lab. Zat Padat Jurusan Fisika ITS Surabaya

Abstrak

Indonesia adalah negara dengan potensi alam yang melimpah, khususnya bahan tambang (mineral), diantaranya material-material dengan kandungan oksida yang mempunyai prospek aplikasi sebagai material cerdas (misalnya SiO₂, CaCO₃, Al₂O₃, TiO₂, dsb). Tujuan dari penelitian ini adalah mencari atau mengidentifikasi kandungan unsur oksida didalam bahan alam jenis batuan atau pasir kuarsa dengan kemurnian tinggi (> 50%), khususnya sebagai sumber oksida SiO₂ (*silica*) dan CaCO₃ (*calsite*). Selanjutnya bahan-bahan tersebut akan diproses dengan milling proses serbuk (ukuran mikron) untuk, peningkatan kemurnian tinggi dan pengecilan ukuran pada orde nanometer. Identifikasi awal adalah melakukan uji difraksi Sinar-X (XRD) dan analisisnya (kualitatif) serta uji flouresensi sinar-X (XRF). Telah dilakukan uji XRD dan XRF pada sampel batuan yang diambil dari daerah Tulungagung, onik dari pulau Bawean-Gresik, dan pasir dari Tuban dan Sumenep. Hasil difraksi sinar X (XRD) bahan alam (batuan dan pasir) yang diambil sebagai sampel yang diambil dari beberapa daerah tersebut, diperoleh bahwa Batu_1(onik) dan Batu_2(putih) menunjukkan bahwa sampel tersebut mempunyai fase dominan struktur kristal Calsite (CaCO₃), dan untuk pasir dari Tuban dan Sumenep mempunyai fase dominan quartz (SiO₂), demikian. Dan hasil XRF menunjukkan kandungan CaCO₃ pada sampel batuan (onik) cukup tinggi (98,23%), dan untuk sampel pasir (Tuban dan Sumenep) menunjukkan kandungan oksida quartz (SiO₂) dengan kemurnian yang tinggi (65,9 -76,8 %), dengan impuritas terbanyak CaO dan Fe₂O₃ (20-28%).

Kata Kunci : Material Oksida, SiO₂, CaCO₃, bahan alam, XRD, XRF

1. Pendahuluan

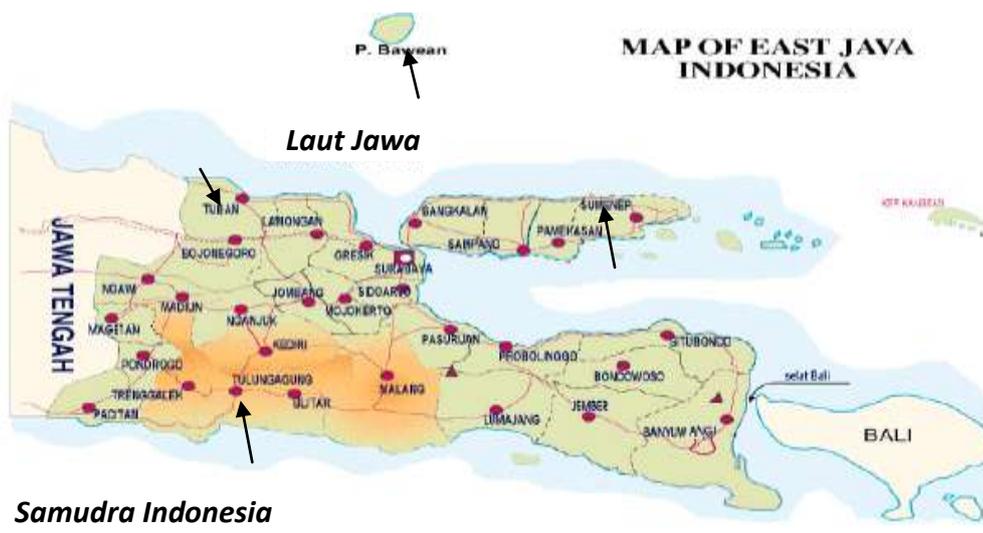
1.1. Prospek Indonesia Produksi Material Cerdas

Pada periode 2010 sampai 2020 ditengarai akan terjadi percepatan luar biasa dalam penerapan nanoteknologi di dunia industri. Ada tiga isu penting dalam pengembangan nanomaterial yakni bagaimana membuat partikel berukuran nano sebagai bahan baku produk nano, bagaimana mengkarakterisasi partikel nano yang telah dibuat dan bagaimana menyusun partikel nano menjadi produk akhir yang diinginkan. Nanoteknologi berkaitan dengan bagaimana mengatur material, struktur dan fungsi zat pada skala nano, sehingga menghasilkan fungsi materi baru yang belum pernah ada sebelumnya. Indonesia sangat kaya dengan berbagai material, teknologi penghalusan materi menjadi seukuran nano ini harus dikuasai, untuk peningkatan nilai tambah hingga 4000 kali lipat. Itulah mengapa teknologi dan industri pembuatan material nano ini harus dikuasai karena memiliki nilai tambah sangat besar. Indonesia harus menjadi salah satu pemasok terbesar material nano di pasar global [Rahman,NT.2007].

Seiring dengan perkembangan nanoteknologi ini ditandai dengan penemuan bahan-bahan oksida yang ditengarai sebagai material cerdas yaitu ZnO, SiO₂, MgO, Al₂O₃, TiO₂, Fe₂O₃, Y₂O₃, CeO, MnO, dan seterusnya. Material oksida tersebut akan mempunyai kemampuan luar biasa, sebagai material cerdas, jika ukurannya diubah menjadi

ukuran nano (<100 nm), yang kemudian dikenal sebagai nanomaterial oksida.

Potensi alam di Indonesia sebagai sumber bahan oksida sangat melimpah, sebagai contoh bahan oksida terkandung di dalam bahan galian tambang, diantaranya, seperti (1) pasir kuarsa dengan kandungan dominan unsur oksida *quartz* (SiO₂), banyak digunakan sebagai bahan baku keramik, gelas, kaca, semen, piring, industri kimia lainnya, dengan kemurnian hingga 95-97% ; (2) *clay* adalah jenis batuan lempung dominan tersusun dari mineral kaolinit, sebagai sumber alumina (Al₂O₃) dengan sifat fisik khas, derajat plastisitas tinggi, banyak dipakai untuk industri keramik, kemurnian hingga 40%; (3) batu gamping , kandungan oksida paling dominan adalah *calcite* (CaCO₃), merupakan sedimen karbonat bila diberi asam klorida (HCl) keluar gas CO₂; banyak dipakai untuk semen portland, pemurnian baja, industri kertas, bahan bangunan,cat, dan sebagainya, kemurnian hingga 98% (4)*trass* merupakan mineral produk vulkanik berbutir halus dengan kandungan oksida silika (SiO₂) yang mengalami pelapukan hingga derajat tertentu. Bila dicampur kapur padam dan air membentuk semen ; banyak dimanfaatkan sebagai bahan baku semen, kandungan SiO₂: 51,93% - 57,35% dan Al₂O₃: 18,04% - 20,57%; (5) *dolomit* adalah mineral sejenis batuan gamping yang sebagian unsur kalsiumnya diganti magnesium CaMg (CO₃)₂. Bermanfaat sebagai bahan baku *refraktory* dan pupuk, kadar : MgO 19,72 %, CaO 35,79 %; dan masih banyak lagi [Katili,J.A.2007].



Gambar 1. Peta wilayah Propinsi Jawa Timur [www.eastjava.com]

Potensi bahan mineral disektor pertambangan diwilayah Propinsi Jawa Timur, berdasarkan informasi Dinas ESDM jatim [2009], diantaranya adalah: (1) *batu gamping* atau biasa disebut gamping, kapur, batu kapur, batu koral, batu ketak atau kalsium karbonat. Terdapat di daerah: Pacitan, Trenggalek, Tulungagung, Ponorogo, Ngawi, Bojonegoro, Tuban, Lamongan, Nganjuk, Jember, Bondowoso, Banyuwangi, Bangkalan, Sampang, Pamekasan, Sumenep, dan Gresik, dengan cadangan $\pm 1.259.438.298 \text{ m}^3$, mineral ini mempunyai sifat fisik: warna putih kotor, keras dan beronggo kecil, dan komposisi kimiawinya: CaCO_3 , CaO , SiO_2 , Al_2O_3 , Fe_2O_3 , MgO , Na_2O , H_2O . (2) *dolomit* yang kadang juga disebut sebagai batu keprus atau batu kumbang, banyak terdapat di daerah: Pacitan, Tuban, Lamongan, Gresik, Bangkalan, dan Sampang dengan cadangan: $\pm 380.102.783 \text{ m}^3$; sifat fisik: warna putih keabuan, butir halus-kasar, mudah menyerap air, kekerasan 3,5-4 skala mosh, berat jenis 2,8-2,9, dan komposisi kimiawi: CaO , SiO_2 , Al_2O_3 , Fe_2O_3 , MgO . Dolomit berfungsi sebagai bahan mentah semen, bahan refraktori dalam tungku pemanas atau tungku pencair, bahan pupuk (unsur Mg) dan pengatur pH tanah, pengembangan dan pengisi cat, plastik, dan kertas. (3) *kalsit* merupakan mineral hasil pengendapan

kembali dari batugamping, *kalsit* merupakan rekristalisasi atau penghabluran kembali batu gamping, dalam istilah perdagangan biasanya dipakai istilah *light calcite*. Deposit mineral ini banyak terdapat di daerah: Pacitan, Trenggalek, Tulungagung, Blitar, Malang, Tuban, Gresik, Pamekasan, dengan cadangan: $> 65.000 \text{ M}^3$, sifat fisik: warna putih kekuningan, kilap kaca, serat putih, kekerasan 3 skala mosh, dan komposisi kimiawi: CaO , MgO , SiO_2 , Al_2O_3 , Na_2O , K_2O . Mineral ini banyak dipakai sebagai bahan pemutih dan pengisi cat, gelas, karet, penetral keasaman tanah, bahan pelapis kertas. (4) *kaolin*, adalah bahan lempung, dari aspek kuantitas dan kualitas, kaolin di Jawa Timur sangat terbatas tersebar di beberapa tempat secara sporadis. Deposit mineral ini banyak terdapat di daerah: Pacitan, Ponorogo, Blitar, Tulungagung, dan Malang dengan cadangan: $\pm 1.003.350 \text{ M}^3$, sifat fisik: warna putih, berbutir sangat halus, mengkilat, gelas, ringan. Komposisi kimia *kaolin* adalah SiO_2 , Al_2O_3 , Fe_2O_3 , TiO_2 , CaO , MgO , Na_2O , K_2O . Kegunaan mineral ini untuk industri keramik, kertas, cat, kosmetik dan farmasi, bahan pembuatan karet/pestisida dan sebagainya. (5) *pasir kuarsa*, adalah bahan galian yang terdiri atas kristal-kristal silika (SiO_2) dan mengandung senyawa pengotor yang

terbawa selama proses pengendapan. Pasir kuarsa juga dikenal dengan nama pasir putih merupakan hasil pelapukan batuan yang mengandung mineral utama, seperti kuarsa dan feldspar. Hasil pelapukan kemudian tercuci dan terbawa oleh air atau angin yang terendapkan di tepi-tepi sungai, danau atau laut. Pasir kuarsa mempunyai komposisi gabungan dari SiO_2 , Fe_2O_3 , Al_2O_3 , TiO_2 , CaO , MgO , dan K_2O , berwarna putih bening atau warna lain bergantung pada senyawa pengotornya. Terdapat di daerah: Bojonegoro, Tuban, Lamongan, Bangkalan, Sumenep, Malang, dan Banyuwangi, dengan cadangan: $\pm 5.311.568 \text{ m}^3$. sifat fisik : warna putih kekuningan, berbutir halus sedang, bentuk kristal hexagonal. Komposisi Kimiawi : SiO_2 , Al_2O_3 , Fe_2O_3 , TiO_2 , CaO , MgO , K_2O . Kegunaan : Untuk industri gelas, optik, keramik, abrasive dan semen. (6) *Onik*, batu onik banyak terdapat di daerah: Bojonegoro, dan Gresik (*Bawean Island*). Cadangan: $33.750.000 \text{ M}^3$; sifat fisik : warna putih, coklat transparan, keras, terdapat berupa urat dalam batu gamping kristalin. Komposisi kimianya adalah: SiO_2 , CaCO_3 , CaO , Al_2O_3 . Kegunaan dari batuan ini adalah untuk asesoris, interior, dan yang lain [www.tekmira.esdm.co.id, 2010].

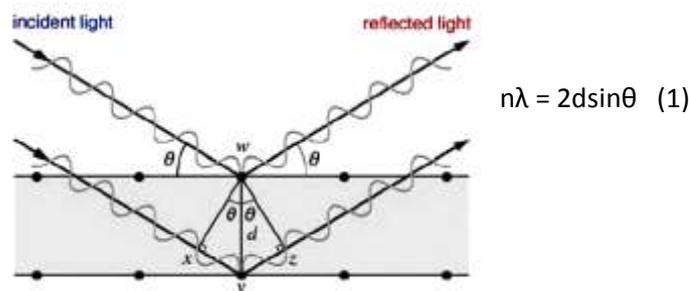
Tujuan dari penelitian ini adalah sebagai *studi awal* untuk mencari atau mengidentifikasi unsur atom/oksida yang terkandung didalam bahan alam (batuan atau pasir) dengan kemurnian (>50%), khususnya untuk oksida : kuarsa (SiO_2) dan kalsit (CaCO_3). Bahan alam terpilih tersebut akan diproses dengan metode *milling* untuk proses serbuk (ukuran

mikron), dan identifikasi kandungan oksida silica dan kalsit melalui uji X-Ray Diffraction dan X-Ray Fluorescence. Dengan demikian penelitian ini adalah sebagai studi awal dari riset lanjutan, yaitu sintesis oksida silika (SiO_2) dan kalsit (CaCO_3) orde nano berbasis bahan alam dengan metode yang efisien, aplikasi-aplikasinya.

1.2.X-Ray Diffraction

Tiga metode untuk memastikan bahwa kedudukan bidang tertentu daripada hablur / material yang dikaji memenuhi syarat-syarat Bragg pengukuran penyinaran, difraksi. Ketiga metode ini adalah: (1) Metode difraksi Laue; (2) Metode hablur bergerak; dan (3) Metode difraktometri serbuk.

Metode difraktometri serbuk ialah untuk mencatat difraksi sampel polikristal. Pada analisis struktur material berbasis bahan alam ini, digunakan alat difraktometer, yang prinsip kerjanya seperti Gambar 2. Sampel serbuk dengan permukaan rata dan mempunyai ketebalan yang cukup untuk menyerap alur sinar-X yang menuju keatasnya. Puncak-puncak difraksi yang dihasilkan dengan menggunakan alat pencacah. Umumnya menggunakan pencacah Geiger dan sintilasi. Alat monitor dapat diputar mengelilingi sampel dan diatur pada sudut 2θ terhadap alur datang. Alat monitor dijajarkan supaya sumbunya senantiasa melalui dan bersudut tepat dengan sumbu putaran sampel. Intensitas sinar-X yang difraksi sebagai fungsi sudut 2θ [Cullity,D 1956].



Gambar 2. Difraksi sinar-x pada bidang atom (Callister, 2007)

Peralatan yang digunakan adalah XRD (*merk Philips*). Hasil difraksi sinar-x dicetak pada kertas dengan sumber pancaran radiasi Cu Ka dan dengan filter nikel. Data difraksi sinar-X daripada sampel kemudian dibandingkan dengan kartu JCPDS (*Joint Committee Powder Diffraction Standard*). Dari nilai difraksi sinar-X yang menghasilkan intensitas dan sudut difraksi, dianalisis untuk menentukan jenis struktur kristalnya dengan mencocokkan pada data ICSD (*Inorganic Crystal Structure Database*) untuk semua sampel yang di uji. Pada metode difraksi, hukum Bragg haruslah dipenuhi, karena itu perlu diatur orientasi kristal terhadap berkas datang [Pratapa,S.,2010]. Metode difraksi sinar-x dapat dibedakan menjadi [Cullity,D., 1956]: (1) Metode kristal tunggal. Metode ini sering digunakan untuk menentukan struktur kristal, dalam ini dipakai berbentuk kristal tunggal. (2) Metode serbuk (*powder Method*). Bahan sampel pada metode ini dibuat berbentuk serbuk, sehingga terdiri banyak kristal yang sangat kecil dan orientasi sampai tidak perlu diatur lagi karena semua orientasi bidang telah ada dalam sampel dengan demikian hukum Bragg dapat dipenuhi. Metode lebih cepat dan lebih sederhana dibandingkan dengan metode kristal tunggal. Metode serbuk ini dapat digunakan untuk menganalisa bahan apa yang terkandung di dalam suatu sampel juga dapat ditentukan secara kuantitatif. Pada penelitian ini dipergunakan metode serbuk.

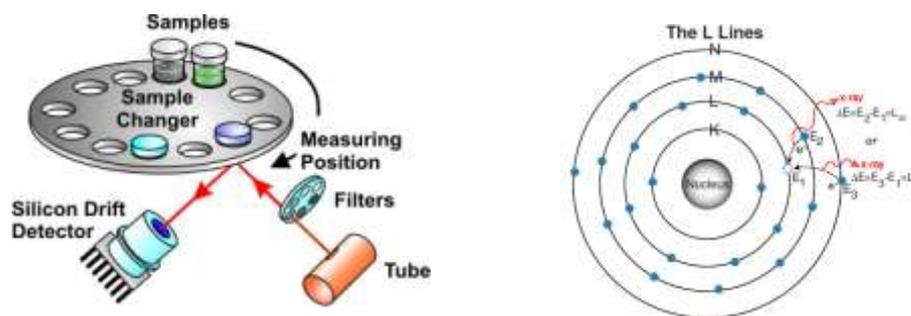
Informasi yang dapat diperoleh dari data difraksi sinar X ini yaitu: (1) Posisi puncak difraksi memberikan gambaran tentang parameter kisi (a), jarak antar bidang (d_{hkl}), struktur kristal dan orientasi dari sel satuan; (2) intensitas relatif puncak difraksi memberikan gambaran tentang posisi atom dalam sel satuan; (3) bentuk puncak difraksi memberikan gambaran

tentang ukuran kristalit dan ketidak-sempurnaan kisi.

1.4. X-Ray Fluorencence

Analisis menggunakan XRF dilakukan berdasarkan identifikasi dan pencacahan karakteristik sinar-X yang terjadi dari peristiwa efekfotolistrik. Efekfotolistrik terjadi karena elektron 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 elektron ini akan diisi oleh elektron dari orbital yang lebih luar diikuti pelepasan energi yang berupa sinar-X. Skematik proses identifikasi dengan XRF tampak pada Gambar 3.

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. Spectrum ini dikenal dengan spektrum sinar-X karakteristik. Spektrometri XRF memanfaatkan sinar-X yang dipancarkan oleh bahan yang selanjutnya ditangkap detektor untuk dianalisis kandungan unsur dalam bahan. Bahan yang dianalisis dapat berupa padat massif, pelet, maupun serbuk. Analisis unsur dilakukan secara kualitatif maupun kuantitatif. Analisis kualitatif menganalisis jenis unsur yang terkandung dalam bahan dan analisis kuantitatif dilakukan untuk menentukan konsentrasi unsur dalam bahan. Sinar-X yang dihasilkan dari peristiwa seperti peristiwa tersebut diatas ditangkap oleh detektor semi konduktor Silikon Litium (SiLi).



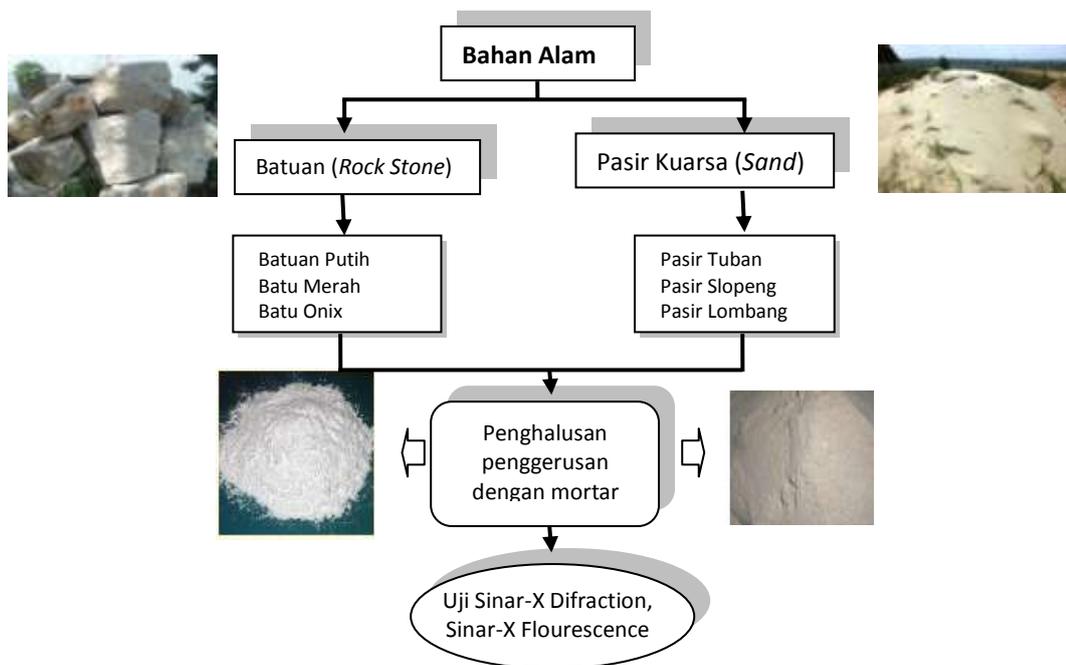
Gambar 3. (a) Prinsip X-Ray Fluorescence, (b) kekosongan elektron pada kulit L (Fansuri, H, 2010)

2. Metode Penelitian

2.1. Pemilihan bahan alam

Dalam penelitian ini diambil sampel dari bahan alam berupa : Batuan dan pasir yang masing-masing diperoleh dilokasi daerah Tulung Agung, Tuban dan

Sumenep. Dari bahan-bahan alam (batuan dan pasir) tersebut kemudian dilakukan proses pemilihan dan penghalusan hingga menjadi serbuk yang siap untuk diuji dengan XRD dan XRF. Tahapan skematik dalam penelitian ini tampak pada Gambar



Gambar 4. Langkah studi struktur bahan alam

2.2. Persiapan Sampel Uji

Sampel disiapkan dari bahan alam (batuan dan pasir), kemudian dipilih dan diambil sebagian kecil diproses ke bentuk serbuk selanjutnya diayak (61 mesh~250 mikron), kemudian siap untuk dilakukan uji XRD dan XRF. Hasil uji difraksi sinar-X

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

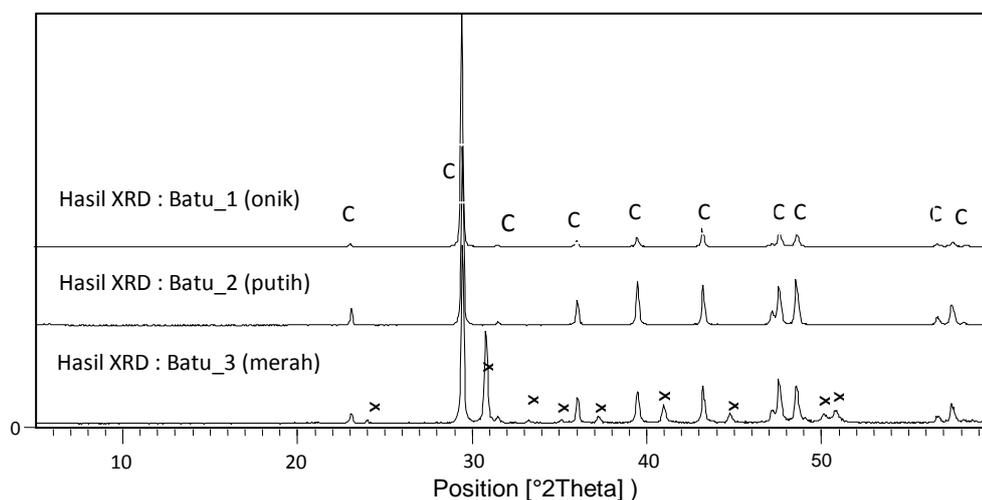
3. Hasil dan Pembahasan

3.1. Hasil Uji Difraksi sinar-X

Hasil uji difraksi sinar-X bahan alam (batuan dan pasir), yang diuji di Laboratorium XRD Pusat Riset ITS Surabaya pada tanggal 23 & 30 Desember 2009, adalah seperti pada gambar (4 dan 5). Uji difraksi sinar X dilakukan pada sudut pendek ($5-60^\circ$) dimaksudkan sebagai uji awal untuk identifikasi keberadaan / kandungan bahan oksida yang diharapkan (SiO_2 dan CaCO_3) sebagai bahan dasar untuk penelitian selanjutnya. Kecuali pasir Tuban diuji pada sudut panjang ($5-90^\circ$).

(a) Bahan Batuan: diambil di daerah Tulung Agung Jawa Timur

Data difraksi bahan alam dari jenis batuan-1, yang terdiri dari **batu beku** seperti onik (warna putih) yang selanjutnya ditandai dengan Batu_1(onik), batu beku warna putih yang selanjutnya ditandai dengan Batu_2(putih) dan batu beku warna merah yang selanjutnya ditandai dengan Batu_3(merah). Tampak pada Gambar 5 pola difraksi sampel uji Batu_1, Batu_2 dan Batu_3. Teridentifikasi bahwa fase dominan pada sampel adalah struktur kristal kalsit (C)



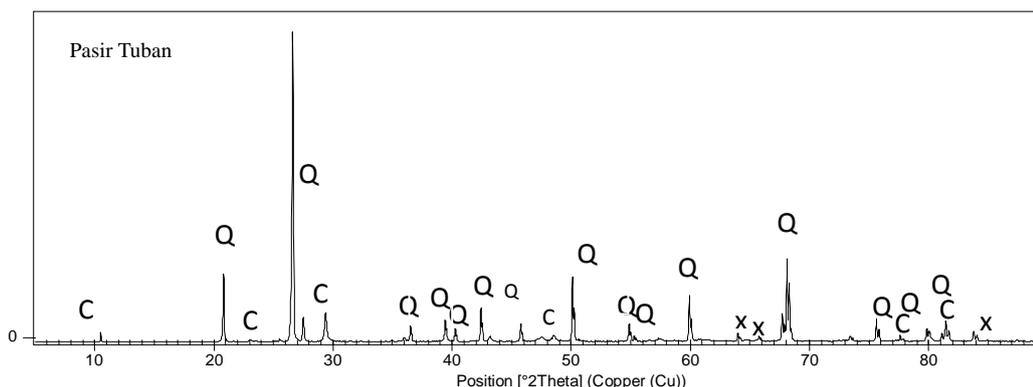
Gambar 5. Hasil difraksi sinar X: batuan-1: Batu_1 (onik), Batu_2 (putih), Batu_3(merah)

(b) Bahan Pasir : diambil di daerah Tuban Jawa Timur

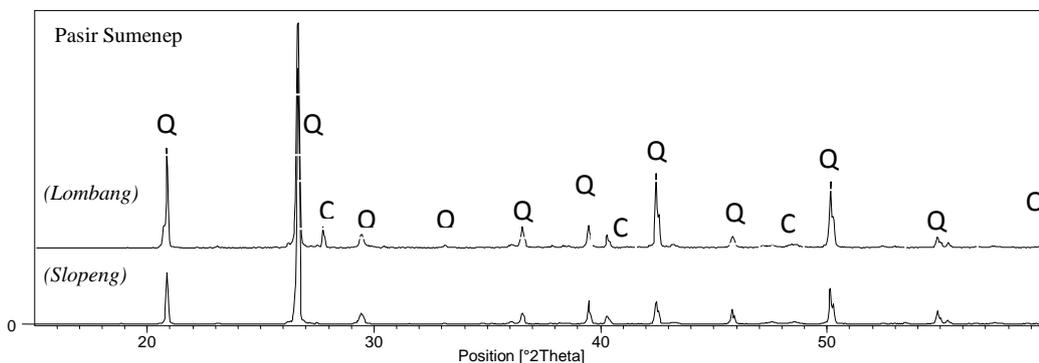
Tampak pada Gambar 6 pola difraksi sampel pasir, yaitu serbuk pasir yang diambil dilokasi Tuban. Pasir yang diambil dari lokasi penambangan di Bancar-Tubankemudian dihaluskan dengan cara manual dengan mortar dan disaring, baru kemudian diuji XRD. Tampak dari hasil uji difraksi sinar x ini (sudut (2θ): $5-90$), fase kristal quartz (Q) sangat dominan. Fase lain tampak pada sudut (2θ) antara

$20-30$; $45-50$ dan $77-80$, yaitu fase kristal kalsit (C).

Data difraksi sinar-x dari pasir diambil dilokasi (Slopeng dan Lombang) seperti tampak pada Gambar 7, kemudian dihaluskan dengan cara manual dengan mortar dan disaring, baru kemudian diuji XRD. Tampak dari hasil uji difraksi sinar x ini (sudut (2θ): $10-60$), fase kristal quartz (Q) sangat dominan. Fase lain tampak pada sudut (2θ) antara $20-30$ dan $40-50$, yaitu fase kristal kalsit (C).



Gambar 6. Hasil difraksi sinar-x : Pasir Bancar



Gambar 7. Hasil difraksi sinar x: Pasir Sumenep

3.2. Hasil Search and match Data Difraksi Sinar X

Hasil analisis kualitatif data difraksi sinar-X dari sampel uji bahan alam (batuan dan pasir) diatas dilakukan dengan *Hi-ScorPlus* yang ada di Jurusan Fisika FMIPA ITS Surabaya. Tujuan dari analisis ini adalah untuk melakukan identifikasi unsur oksida yang terkandung didalam bahan alam (batuan dan pasir) secara kualitatif.

(a) Bahan Batuan : diambil di daerah Tulung Agung Jawa Timur

Hasil analisis kualitatif dengan *Search-Match* [Hartono dkk.,2009], menunjukkan bahwa unsur oksida yang menyusun batuan secara dominant adalah kalsit (CaCO_3) hal ini dapat dilihat pada hasil XRD sampel dari bahan alam batuan, khususnya untuk sampel : Batu_1(onik), Batu_2(putih) dan Batu_3(merah). Untuk sampel Batu_1(onik) dan Batu_2(putih) diduga penyusunya hanya unsur kalsit

(CaCO_3) dan sedikit yang lain , sehingga bahan alam jenis ini merupakan sumber bahan oksida CaCO_3 dengan kemunian tinggi (>90%). Sedangkan pada sampel Batu_3(merah) kandungan kalsitnya lebih rendah, karena ada unsur oksida lain (Gambar 5).

Unsur oksida kalsit (CaCO_3) yang diduga terdapat pada sampel batuan diatas, mempunyai spesifikasi yang sesuai dengan data PDF No.01-083-0578. Posisi puncak intensitas data XRD dari masing-masing sampel Batu_1(onik), Batu_2(putih) dan Batu_3(merah) tampak pada tabel 1. Puncak intensitas relatif tertinggi onik pada sudut $2\theta \sim 29,51$ dan $hkl \sim 104$ dengan fase kristal kalsit, dan untuk batu putih puncak intensitas relatif tertinggi pada sudut $2\theta \sim 29,41$ dan $hkl \sim 104$ dengan fase kristal kalsit, serta untuk batu merah puncak intensitas relatif tertinggi pada sudut $2\theta \sim 29,42$ dan $hkl \sim 104$ dengan fase kristal kalsit.

(b) Bahan Pasir : diambil di daerah Tuban dan Sumenep Jawa Timur

Hasil analisis kualitatif dengan *Search-Match* pada sampel pasir : Pasir Tuban dan Pasir Sumenep menunjukkan bahwa unsur oksida yang terkandung didalam pasir tersebut, diantaranya adalah

quartz (SiO_2) dan unsur lain seperti *calcite* (CaCO_3), CaO_2 , corondum (Al_2O_3) serta yang lain. Namun demikian keberadaan unsur oksida *quartz* lebih dominan dibanding unsur yang lain (Gambar 6 dan 7).

Tabel 1. Hasil Seach-Match Sampel Pasir

<i>Sampel</i>	<i>Posisi sudut(2θ), bid. Kristal dgn puncak maksimum</i>	<i>Lokasi Bahan Alam</i>
Batu_1(onik)	$\text{CaCO}_3 : 29,51^\circ (2\theta) ; 104 (hkl)$	Bawean-Gresik, Jawa Timur
Batu_2(putih)	$\text{CaCO}_3 : 29,41^\circ (2\theta) ; 104 (hkl)$	Tulungagung, Jawa Timur
Batu_3(merah)	$\text{CaCO}_3 : 29,42^\circ (2\theta) ; 104 (hkl)$	Tulungagung, Jawa timur
Pasir_ Bancar	$\text{SiO}_2 : 26,80^\circ (2\theta) ; 011 (hkl)$	Tuban, Jawa Timur
Pasir Lombang	$\text{SiO}_2 : 26,30^\circ (2\theta) ; 011 (hkl)$	Sumenep, Jawa Timur
Pasir Slopeng	$\text{SiO}_2 : 26,30^\circ (2\theta) ; 011 (hkl)$	Sumenep, Jawa Timur

3.3 Hasil Fluorescence Sinar X

Hasil XRF dari sampel Batuan dan pasir di sajikan pada Tabel 2 dibawah ini. Nampak dari tabel tersebut bahwa kandungan unsur kimia tertinggi dari pasir adalah Si kemudian diikuti oleh Ca dan K. Dan jika diolah menggunakan software yang tersedia pada alat XRF , maka diperoleh bahwa kandungan oksida SiO_2

adalah terbesar, yaitu 76,8 % (pasir Tuban) dan 65,9-75,3% (Sumenep). Dan kandungan unsur terbesar dari batuan (onik) adalah Ca, kemudian diikuti oleh Si dan Fe. Dan jika diolah dengan software yang tersedia pada alat XRF , diperoleh komposisi oksida terbesar adalah CaO atau CaCO_3 sebesar 98,32 % [Tabel 2].

Tabel 2. Hasil XRF Sampel Pasir

<i>Unsur</i>	<i>Pasir</i>			<i>Batuan (onik)</i>	<i>Oksida</i>	<i>Pasir</i>			<i>Batuan (onik)</i>
	<i>Tbn</i>	<i>Lembang</i>	<i>Slopeng</i>			<i>Tbn</i>	<i>Lembang</i>	<i>Slopeng</i>	
Si	59,000	58,300	48,100	2,032	SiO_2	76,800	75,300	65,900	1,032
K	2,690	0,000	0,560	0,873	K_2O	1,450	0,000	0,349	0,002
Ca	34,900	34,100	42,600	93,000	CaO	20,500	20,600	28,600	98,320
Ti	0,570	1,340	0,920	2,560	TiO_2	0,340	0,855	0,662	0,002
Cr	0,055	0,110	0,059	0,000	Cr_2O_3	0,030	0,062	0,034	0,000
Fe	1,320	4,090	5,460	1,209	Fe_2O_3	0,671	2,140	3,190	0,003
Ni	0,020	0,000	0,000	0,000	V_2O_5	0,004	0,000	0,000	0,201
Cu	0,061	0,061	0,067	0,000	CuO	0,026	0,027	0,037	0,000
Mo	1,100	0,000	0,000	0,000	MnO	0,017	0,000	0,000	0,000
Ba	0,200	0,000	0,050	0,506	BaO	0,090	0,000	0,000	0,000
Yb	0,080	0,000	0,000	0,000	Yb_2O_3	0,030	0,000	0,000	0,000
Mn	0,000	0,120	0,220	0,000	MnO	0,000	0,060	0,120	0,000
V	0,000	0,040	0,020	0,000	V_2O_5	0,000	0,020	0,010	0,000

3.4. Pembahasan

Hasil karakterisasi bahan alam (batuan dan pasir) dengan difraksi sinar X , menunjukkan hasil bahwa ; untuk sampel batuan , khususnya Batu_1(onik) dan

Batu_2(putih) menunjukkan pola difraksi yang sesuai dengan pola difraksi database pada ICSD untuk unsur oksida *calcite* (CaCO_3). Melalui analisis *search-Match*, dari 10 puncak pola difraksi (sudut pendek

2θ , $5-60^\circ$) sampel semua sesuai dengan pola difraksi calsite. Pada sudut $2\theta \sim 29,4^\circ$ pola difraksi menunjukkan intensitas 100% , dengan bidang kristal hkl (104). Dari hasil tersebut, maka dapat diajukan bahwa sampel bahan alam ini adalah merupakan kandidat sumber bahan oksida Calsite (CaCO_3) dengan kemurnian yang tinggi ($\sim 98\%$), hasil XRF.

Pola difraksi pasir banyak sesuai dengan pola difraksi database pada ICSD untuk unsur oksida quartz (SiO_2). Melalui analisis *search-Match*, dari 13 puncak pola difraksi (sudut pendek 2θ , $5-60^\circ$) sampel terdapat 10 puncak difraksi yang sesuai dengan pola difraksi quartz (SiO_2). Pada sudut $2\theta \sim 29,4^\circ$ pola difraksi menunjukkan intensitas 100% , dengan bidang kristal hkl (104). Dari hasil tersebut, maka dapat diajukan bahwa sampel bahan alam ini adalah merupakan kandidat sumber bahan oksida quartz (SiO_2) dengan kemurnian yang tinggi ($\sim 76\%$), hasil XRF.

Hasil analisis diatas masih belum akurat menunjukkan kemurnian unsur yang terkandung didalamnya dengan suatu persentase (%) tertentu. Oleh karenanya masih harus didukung oleh data XRF. Selain itu perlu dilakukan uji ulang dengan sudut difraksi sinar X yang panjang (2θ , $5-90^\circ$) [Pratapa, S. 2008]. Dan perlu dilakukan analisis secara kuantitatif lebih lanjut.

4. Kesimpulan dan Saran

4.1. Kesimpulan

Hasil difraksi sinar X bahan alam (batuan dan pasir) yang di ambil sebagai sampel yang di ambil dari daerah Bawean-Gresik Batu_1(onik) dan daerah Tulungagung Batu_2(putih) ,dapat diajukan sebagai kandidat sumber bahan oksida Calsite (CaCO_3) dengan kemurnian yang tinggi ($\sim 98,230\%$). Dan bahan pasir yang diambil dari daerah Tuban dan Sumenep dapat diajukan sebagai kandidat sumber bahan oksida quartz (SiO_2) dengan kemurnian yang tinggi ($\sim 76\%$).

4.2. Saran

Meskipun sudah diperoleh jenis bahan alam sebagai sumber oksida (CaCO_3 dan SiO_2) dengan persentase tinggi ($\text{SiO}_2 \sim 76\%$ dan $\text{CaCO}_3 \sim 98\%$), namun pemilihan metode sintesis untuk menghasilkan material (CaCO_3 dan SiO_2) dengan ukuran *nano* merupakan studi lanjut yang harus dilakukan.

Daftar Pustaka

- Cullity, B.D, 1956. *Element of X-Ray Diffraction*. Addison-Wesley Publishing Company, Inc.
- Dinas ESDM Propinsi Jawa Timur., 2010.,*Potensi Tambang di Jawa Timur*. www.pertambangan-jatim.or.id. (akses September 2010).
- East Java, Peta Potensi Jawa Timur., www.eastjava.com (akses Maret 2012)
- Fansuri,H., 2010., *Modul Pelatihan Operasional XRF*. Laboratorium Energi dan Rekayasa. LPPM ITS.
- Hartono, B., dkk. 2009. *Karakteristik Pola Difraksi Sinar-X Dua Moda Ukuran nanokristal Periklas*. Jurnal Nanosains & Nanoteknologi. Edisi khusus , Agustus 2009.
- Karlsruhe, F.I.Z and Gmelin.1999. *Inorganic Crystal Structure Database (ICSD)*. Institute Germany.
- Katili. J. A. DR.2007. *Geologi*. Dep. Urusan Research Nasional. Jakarta.
- Pratapa, Suminar.2008. *Pengaruh Jangkauan Sudut Ukur Pada Hasil Analisis Data Difraksi Sinar-X Menggunakan Metode Rietveld : kasus campuran MgO-Y2O3*. Makara, Sains, Vol 12, No 2, Nopember 2008 : 146-150.
- Pratapa,S. 2010. *Whorkshop Difraksi Sinar-X*. Pusat Penelitian Ilmu Bahan dan Ilmu-Ilmu Dasar, LP ITS Surabaya, Indonesia.
- Rahman, NT.2007. *Indonesia Potensial Menjadi Pemasok Material Nano*. Antara News: Indonesia One Klik Away. Indonesia.