



## STUDI ANALISIS DATA DIFRAKSI SINAR-X PADA MATERIAL ZIRCON PASIR ALAM MELALUI METODE RIETVELD

Sefrilita Risqi Adikaning Rani

*Jurusan Fisika, Fakultas Sains dan Teknologi, Universitas Islam Negeri Alauddin Makassar*

*Email: sefrilita.rani@uin-alauddin.ac.id*

### INFO ARTIKEL

**Status artikel:**

Diterima: 1 Desember 2021

Disetujui: 4 Agustus 2022

Tersedia online: 30 Agustus 2022

**Keywords:** Zircon, Rietveld, XRD

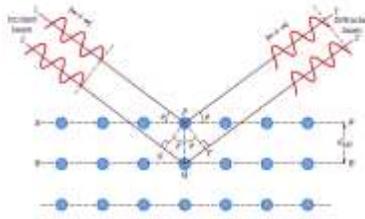
### ABSTRACT

ZrSiO<sub>4</sub> (zircon) material derived from natural sand has been successfully synthesized to produce single crystals. Structural analysis and phase change were studied by X-Ray diffraction. Rietveld analysis was carried out as a method of analyzing X-Ray Diffraction data. Zircon with a tetragonal crystal structure has been successfully synthesized to produce single crystals of ZrSiO<sub>4</sub> with space group I41/amd. The results of the Rietveld analysis of single crystal ZrSiO<sub>4</sub> samples with a tetragonal structure obtained lattice parameters  $a = 6.602727$  (323)  $c = 5.978810$  (317) with a crystal size distribution of 527.033 (0) nm and macrostrains of  $0.001 \times 10^{-4}$ .

### 1. PENDAHULUAN

Metode difraksi sinar-x adalah sebuah metode yang efektif untuk menentukan struktur kristal dari suatu material. Metode difraksi ini dapat digunakan untuk mengidentifikasi campuran kimia dari suatu material. Campuran kimia yang teridentifikasi yaitu ditunjukkan dari struktur kristalin dari material uji. Pengidentifikasi dari senyawa yang berbeda atau fase yang mempunyai komposisi yang sama dapat teridentifikasi secara jelas. Difraksi sinar-x oleh kristal ditemukan pada tahun 1912. Pada saat itulah difraksi sinar-x menjadi tekni yang paling banyak dipelajari dan digunakan untuk karakterisasi material (Leng, 2009). Hamburan dan interferensi merupakan prinsip dasar dari XRD. Ketika sinar-x mengenai material maka sebagian diabsorpsi, ditransmisikan dan sebagian terhambur. Hamburan inilah yang akan dideteksi oleh alat XRD. Hasil hamburan sinar-x akan mengalami interferensi. Interferensi yang terjadi yaitu ada yang saling menguatkan dan ada yang saling melemahkan. Interferensi yang saling menguatkan karena sefase beda fasenya sama pada gelombangnya. Sedangkan interferensi yang saling melemahkan karena

fasanya berbeda. Proses interferensi konstruktif yang terjadi dapat didekati dengan persamaan Hukum Bragg (West, 1987).



**Gambar 1.** Ilustrasi difraksi sinar-x (Callister dan Rethwisch, 2010)

$$n\lambda = 2 d \sin \theta \quad (1)$$

Persamaan (1) merupakan persamaan Hukum Bragg (gambar 1) dari difraksi sinar-x. Gambar 1 dapat dideskripsikan bahwa sinar datang yang datang pada titik bidang pertama dan dihamburkan oleh atom P. Sinar datang yang kedua menumbuk bidang berikutnya dan dihamburkan oleh atom Q. Sinar ini menempuh jarak SQ+QT bila dua sinar tersebut paralel dan dengan fasa yang sangat menguatkan. Jarak tempuh itu merupakan kelipatan (n) panjang gelombang. Sehingga persamaan diperoleh seperti pada persamaan (1) (Callister dan Rethwisch, 2010). Apabila sinar-x dikenakan pada material maka pola difraksi ini berupa grafik yang dibentuk oleh intensitas (sumbu-y) dan sudut difraksi  $2\theta$  (sumbu-x). Ada beberapa faktor yang mempengaruhi intensitas difraksi suatu material yakni diantaranya faktor struktur (F), faktor multiplicity (p) dan faktor Lorentz. Hubungan antara intensitas dengan ketiga faktor tadi secara matematis dapat dituliskan sebagai berikut:

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

dimana : I = intensitas relatif, F = faktor struktur, p = faktor multiplicity dan  $\theta$  = sudut Bragg.

Berdasarkan persamaan 2 tersebut, didapat bahwa besar intensitas difraksi sinar X sebanding dengan bidang (hkl) yang dapat dinyatakan bahwa  $I(hkl) \propto |F(hkl)|^2$  (Cullity, 1978).

Secara umum, data difraksi Powder tidak akan secara langsung memberikan informasi secara mendetail. Karena masalah ini, Hugo Rietveld pada akhir 1960-an memperkenalkan metode penyempurnaan struktur pola utuh, yang sekarang dikenal sebagai metode Rietveld (Young, 1993). Dengan metode ini kita bisa mengevaluasi struktur kristal maupun informasi kimiawi. Sebagai contoh penerapan metode Rietveld ini adalah untuk menentukan komposisi, analisis struktur, estimasi ukuran kristal dan regangan. Sehingga dalam studi analisis ini digunakan metode Rietveld untuk mengetahui secara kuantitatif dari sampel hasil sintesis dari  $ZrSiO_4$  (zircon).

## 2. METODE PENELITIAN

Analisis data hasil X-Ray diffraction dari hasil sintesis dari  $ZrSiO_4$  zircon dilakukan dengan beberapa tahapan dengan bahan baku yang berasal dari pasir di Daerah Kalimantan yang notabennya banyak mengandung zircon. Pengujian XRD dilakukan dengan lima sampel sebagai berikut :

<i>Nama Sampel</i>	<i>Proses</i>
<i>Sampel A</i>	Pasir murni
<i>Sampel B</i>	Pasir + pemisahan dengan magnet
<i>Sampel C</i>	Pasir + pemisahan dengan magnet + milling
<i>Sampel D</i>	Pasir+ pemisahan dengan magnet + milling +HCl
<i>Sampel E</i>	Pasir+ pemisahan dengan magnet +giling + HCl +NaOH

Metode analisis fasa dilakukan dengan menggunakan software Match2!. Selanjunya analisis kualitatif dilakukan dengan menggunakan metode analisis Rietveld. Analisis Retveld dilakukan dengan menggukan software rietica. Untuk mengetahui ditribusi ukuran Kristal dianalisis dengan menggunakan software MAUD.

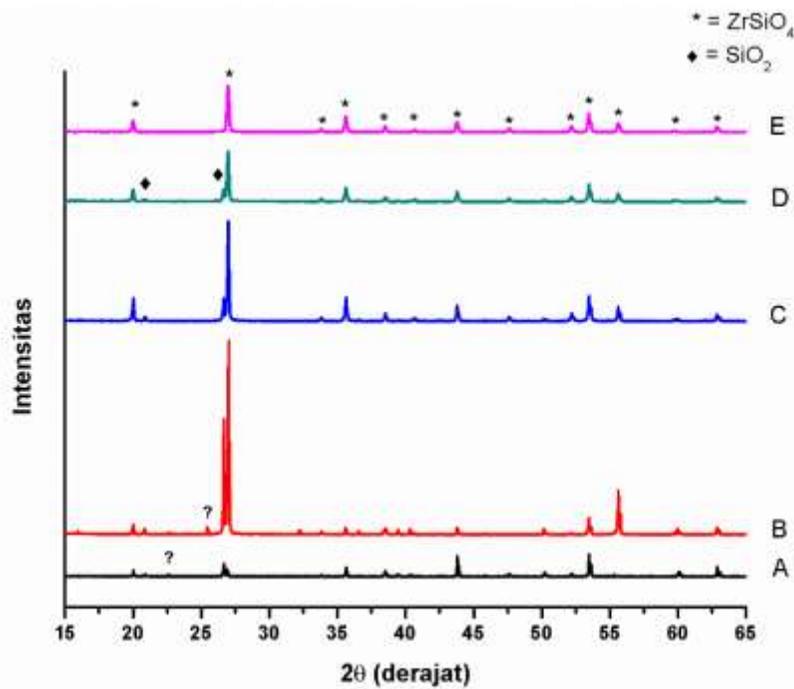
### 3. HASIL DAN PEMBAHASAN

Analisis hasil karakterisasi X-Ray Diffraction menghasilkan single Kristal dari  $ZrSiO_4$  didapatkan pada sample E. Analisis yang dilakukan dengan menggunakan software Match2! Didapatkan fasa yang terbentuk selama proses sintesis, yakni yang dilakukan pada sampel A,B,C,D dan E yang ditunjukkan pada gambar 2.

Pola difraksi dari masing-masing sampel dianalisis dengan menggunakan software match2 untuk mengetahui fasa apa saja yang terbentuk dalam masing-masing sampel (gambar 2). Berdasarkan anilisis semikuantitatif dengan Software Match2! diketahui bahwa pada masing proses dari sampel A samapi D masih ada pengotor  $SiO_2$  dan pengotor lain.

Analisis secara kuantitatif dari masing masing sampel dilakukan dengan menggunakan software rietica. Dengan menggunakan software rietica diperoleh masing-masing parameter kisi dari sampel (tabel 1)

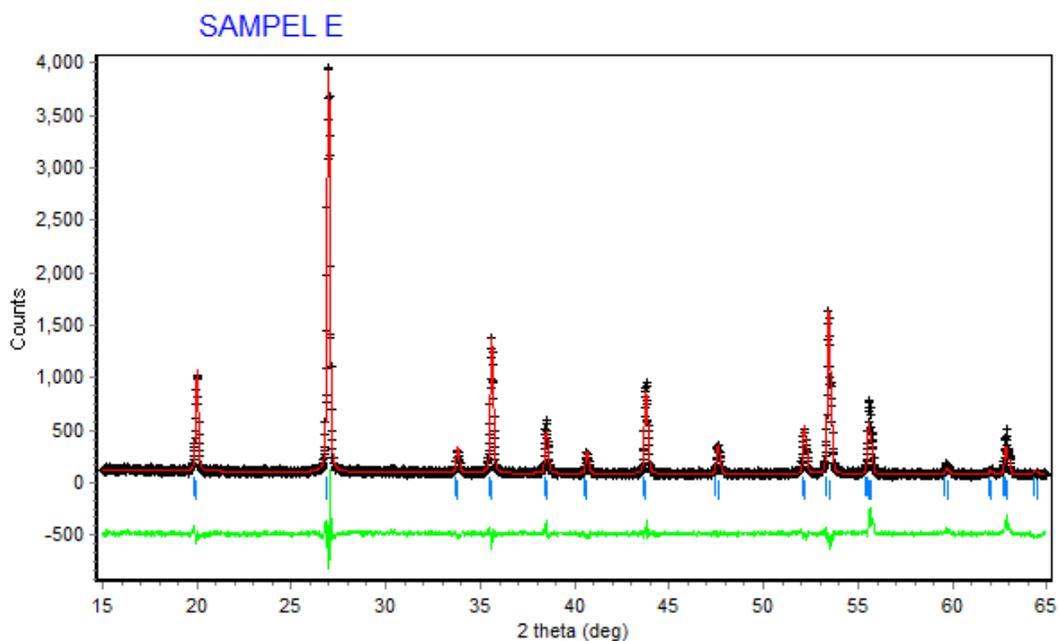
Berdasarkan hasil analisis untuk single kristal  $ZrSiO_4$  (zircon) berstruktur tetragonal dengan parameter kisi  $a= 6,602727$  (323)  $c= 5,978810$  (317). Pola difraksi dari single Kristal  $ZrSiO_4$  (Zircon) yang merupakan hasil perhitungan secara kuantitatif dengan menggunakan software Rietica (gambar 3)



**Gambar 2.** Pola difraksi sampel

**Tabel 1.** Parameter kisi dari hasil Refinement

SAMPLE	FASA	PARAMETER KISI (Å)				
		a	b	c	$\alpha$	$\beta$
A	ZrSiO <sub>4</sub>	6.601188(132)	6.601188(132)	5.966397(139)	90	
	SiO <sub>2</sub>	4.910000(0)	4.910000(0)	5.400000 (0)	90	120
B	ZrSiO <sub>4</sub>	6.607402(189)	6.607402(189)	5.989707(410)	90	
	SiO <sub>2</sub>	4.916457(359)	4.916457(359)	5.405414(406)	90	120
C	ZrSiO <sub>4</sub>	6,607433 (173)	6,607433 (173)	5,984086 (193)	90	
	SiO <sub>2</sub>	4,917281 (861)	4,917281 (861)	5,402781 (1066)	90	120
D	ZrSiO <sub>4</sub>	6,602757 (463)	6,602757 (463)	5,978997 (453)	90	
	SiO <sub>2</sub>	4,912013 (932)	4,912013 (932)	5,399405 (1356)	90	120
E	ZrSiO <sub>4</sub>	6,602727 (323)	6,602727 (323)	5,978810 (317)	90	



**Gambar 3.** Gambar hasil analisis Refinement sampel E

Anilisa dengan menggunakan metode Rietveld dapat digunakan untuk mengetahui komposisi fasa dari sampel berdasar pola hasil difraksi (tabel 2).

**Tabel 2.** Komposisi fasa dari masing-masing sampel

SAMPLE	FASA	BERAT MOLEKUL	PERSEN MOLAR (%)	PERSEN BERAT (%)	DENSITAS (GR/CM <sup>3</sup> )	VOLUME SEL (A)
<b>A</b>	ZrSiO <sub>4</sub>	733.24	28.26(0)	45,02 (0)	4.681	259,898 (95)
	SiO <sub>2</sub>	264.54	71,74(0)	54,98(0)	3.895	112.742(0)
<b>B</b>	ZrSiO <sub>4</sub>	733.24	36,41 (0)	54,35(0)	4.654	261.497(20)
	SiO <sub>2</sub>	264.54	63,59(0)	45,65(0)	3.880	113,152(14)
<b>C</b>	ZrSiO <sub>4</sub>	733.24	77,84 (0)	87,96 (0)	4.658	261,254 (12)
	SiO <sub>2</sub>	264.54	22,16 (0)	12,04 (74)	3.881	113,135 (35)
<b>D</b>	ZrSiO <sub>4</sub>	733.24	74,90 (0)	86,11 (0)	4.669	260,662 (32)
	SiO <sub>2</sub>	264.54	25,10 (64)	13,89 (89)	3.892	112,822 (41)
<b>E</b>	ZrSiO <sub>4</sub>	733.24	100	100	4.669	260,652 (22)

Berdasarkan tabel 1 dan tabel 2 hasil refine yang bertanda merah merupakan hasil refine yang kurang baik sehingga perlu dilakukan refine ulang(lampiran).

Analisis distribusi ukuran grain dari masing-masing sampel dilakukan dengan menggunakan software MAUD. Hasil dari refine dengan menggunakan software MAUD dapat disajikan dalam tabel 3

**Tabel 3.** Analisis hasil refinement dengan software MAUD

Sampel	Fasa	D (grain size)	$\epsilon$ (strain) ( $10^{-4}$ )	$\alpha$ (distribution)
A	ZrSiO <sub>4</sub>	912.01(0)	0,151(2)	0.026(2)
	SiO <sub>2</sub>	1010.16(0)	1,784(6)	0,067(188)
B	ZrSiO <sub>4</sub>	1465.97(0)	3,421 (2)	1.4459(934)
	SiO <sub>2</sub>	1418,43(0)	5,136 (0)	0.366(505)
C	ZrSiO <sub>4</sub>	1826,03 (44)	2,615 (5)	2,148 (306)
	SiO <sub>2</sub>	1398,97 (0)	7,444 (9)	0,010 (99)
D	ZrSiO <sub>4</sub>	1950,29 (41)	0,576 (0)	0,001 (16)
	SiO <sub>2</sub>	1002,655 (0)	0,736 (1)	0,0002 (263)
E	ZrSiO <sub>4</sub>	527,033 (0)	0.001(0)	0,186 (16)

Berdasarkan analisis dengan menggunakan software MAUD didapatkan ukuran diameter butir kristal untuk ZrSiO<sub>4</sub> single kristal sebesar 527,033 (0) dengan distribusi 0,186(16) dan mikrostrain  $0.001 \times 10^{-4}$ .

#### 4. SIMPULAN

Analisis data hasil X-Ray diffraction dari hasil sintesis dari ZrSiO<sub>4</sub> (zircon) dilakukan dengan menggunakan metode Rietveld dengan menggunakan software Rietica dan Maud. Hasil analisis menunjukkan bahan ZrSiO<sub>4</sub> single Kristal dengan stuktur tetragonal, space group I41/amd diperoleh parameter kisi  $a= 6,602727$  (323)  $c= 5,978810$  (317) dengan distribusi ukuran Kristal sebesar 527,033 (0) nm dan mikrostrain  $0.001 \times 10^{-4}$ .

#### 5. DAFTAR PUSTAKA

- Callister, W.D., Rethwisch, D.G., 2010. Materials Science and Engineering: An Introduction. John Wiley & Sons Canada, Limited.
- Cullity, B.D., 1978. Elements of X-ray Diffraction. Addison-Wesley Publishing Company.
- Leng, Y., 2009. Materials Characterization: Introduction to Microscopic and Spectroscopic Methods. John Wiley & Sons.
- West, A.R., 1987. Solid State Chemistry and Its Applications. John Wiley & Sons.

Risqi, S.A.R. / Jurnal Fisika dan Terapannya (2022) Vol. 9 (1): 16 - 22

Young, R.A., 1993. The Rietveld Method, IUCr Monographies of Crystallography 5. Wiley, Oxford