

## STUDI X-RAY FLUORESCENCE DAN X-RAY DIFFRACTION TERHADAP BIDANG BELAH BATU PIPIH ASAL TEJAKULA

I Wayan Karyasa  
Jurusan Pendidikan Kimia, FMIPA  
Universitas Pendidikan Ganesha

email: karyasa.undiksha@gmail.com

### Abstrak

Penelitian ini bertujuan untuk menganalisis kandungan unsur-unsur dan mengidentifikasi mineral-mineral yang terkandung dalam bidang belah dan bidang non belah batu pipih. Tahap-tahap penelitian adalah berikut: (i) pengambilan sampel, (ii) pengambilan cuplikan bubuk sampel menggunakan metode petrografi yaitu penyayatan batu pipih secara melintang untuk tiga sayatan berturut-turut dari bagian permukaan batu pipih (bidang belah), bagian dalam dan tengah dalam (bidang non belah), (iii) mempreparasi semua cuplikan menjadi bubuk, (iv) penggunaan metode *X-Ray Fluorescence* (XRF) untuk analisis unsur, (v) penggunaan metode *X-Ray Diffraction* (XRD) untuk mengidentifikasi mineral-mineral penyusun bidang-bidang belah sampel batu pipih. Hasil penelitian menunjukkan adanya perbedaan kandungan unsur-unsur logam antara bidang belah dan non belah. Mineral-mineral yang menyusun bidang belah dan bidang non belah batu pipih menunjukkan kemiripan fase namun berbeda dalam hal komposisi.

**Kata-kata kunci:** batu pipih, XRF, XRD

### Abstract

The research was aimed to analyze elemental contents and to identify minerals containing in cleavage planes and non cleavage planes of slates. Steps of the research were (i) slate sampling, (ii) taking sample powders using petrography method, i.e. slicing across slate sample to become three slices from outer part (cleavage plane) to inside part and deep inside part (non cleavage plane), (iii) preparing all slice samples to become cleavage plane's sample powders, (iv) running *X-Ray Fluorescence* (XRF) method for elemental analysis, and (v) running *X-Ray Diffraction* (XRD) method for identifying mineral phases of each cleavage plane powder of slate sample. Results of this study showed that there were differences among elemental contents of cleavage plane and non cleavage planes. Minerals forming cleavage and non cleavage planes had phases similarity but different in their composition.

**Keywords:** slate, XRF, XRD

### PENDAHULUAN

Batu pipih yang terdapat di Kecamatan Tejakula menjadi pusat perhatian karena penampakan fisik yang pipih dengan ketebalan yang teratur, mengkilap dan keras, tetapi juga menyimpan pertanyaan mengapa batu tebing gunung itu kalau dibelah menjadi pecahan batu pipih yang teratur dan berbeda dari batu gunung lainnya. Berdasarkan hasil pengamatan fisiknya, batu pipih merupakan batuan yang

sangat keras dan bila terkena air lama-kelamaan nampak seperti berkarat.

Penelitian pertama yang mengkaji keberadaan logam-logam golongan utama dan transisi dalam batu pipih pada berbagai lapisan (bidang belah dan bidang non belah) telah dilaporkan (Karyasa, dkk, 2008). Penelitian yang menggunakan instrumentasi *Atomic Absorption Spectroscopy* (AAS) menemukan dua hal: (1) Kandungan beberapa logam golongan utama (dalam % m/m) batu pipih dari Kecamatan Tejakula

Kabupaten Buleleng berturut-turut adalah silikon  $35,7847 \pm 1,1863$ ; aluminium  $9,9891 \pm 1,1340$ ; kalsium  $8,9444 \pm 3,5640$ ; magnesium  $2,6806 \pm 0,5071$  dan golongan transisi besi  $5,4638 \pm 0,0030$ ; tembaga  $0,0399 \pm 0,0047$ , mangan  $0,1414 \pm 0,0049$ ; kromium  $0,0210 \pm 0,0123$ . Kandungan kedelapan logam yang dianalisis pada batu pipih ini umumnya lebih tinggi dari rerata kandungan logam-logam yang bersangkutan di kerak bumi; (2) Ada perbedaan kandungan tiap-tiap logam tersebut antara sayatan-sayatan yang berbeda lapisan (muka, tengah dan tengah dalam) batu pipih. Kandungan besi, tembaga, mangan, dan kromium yang lebih mengarah pada bidang belah, sedangkan kandungan silikon dan kalsium lebih besar mengarah kepada bidang tahanan belah, tetapi kandungan aluminium dan magnesium tidak teratur. Jika kandungan logam-logam yang diteliti itu dijumlahkan maka diperoleh angka 63 %. Hal ini berarti masih ada sekitar 37 % unsur-unsur yang belum diketahui. Oleh karena itu, analisis lengkap unsur-unsur logam dan non logam penyusun batu pipih baik pada bidang belah dan maupun bidang non belahnya masih perlu dilakukan. Analisis unsur-unsur logam dan non logam secara keseluruhan dapat dilakukan dengan instrument *X-Ray Fluorescence (XRF)* atau *Energy Dispersive X-Ray Diffraction (EDX)*.

Hasil penelitian pertama kali terhadap batu pipih asal Tejakula ini juga menemukan bahwa ketidakajegan perbandingan mol Si/Al pada bidang belah dan bidang-bidang non belah ketiga sampel batu pipih (Karyasa, dkk., 2008). Hal ini menunjukkan bahwa ada kemungkinan mineral atau senyawa kimia batuan yang menyusun batu pipih tidak tunggal, ada fase utama dan fase pendamping serta fase pengotor. Identifikasi fase atau senyawa-senyawa penyusun batuan (mineral-mineral) yang terdapat dalam batu pipih baik pada bidang belah maupun bidang-bidang non belah dapat dilakukan salah satunya adalah dengan metode *X-Ray Diffraction (XRD)*.

Fase-fase mineral-mineral yang terdapat pada bubuk batu pipih tiap bidang belah yang dikaji dapat dideskripsikan melalui difraktogram-difraktogram yang dihasilkan dari pengukuran menggunakan XRD.

Tujuan umum dari penelitian ini adalah menjelaskan secara lebih komprehensif mengapa batu pipih Tejakula belah pipih secara beraturan menggunakan analisis instrumentasi XRF dan XRD. Tujuan khusus penelitian ini adalah: (1) Mendeskripsikan kandungan unsur-unsur logam yang terdapat pada batu pipih dan bidang-bidang belahnya berdasarkan hasil analisis menggunakan XRF; dan (2) Mendeskripsikan pola-pola difraksi dari bubuk batu pipih pada bidang-bidang belahnya berdasarkan identifikasi menggunakan XRD.

## METODE

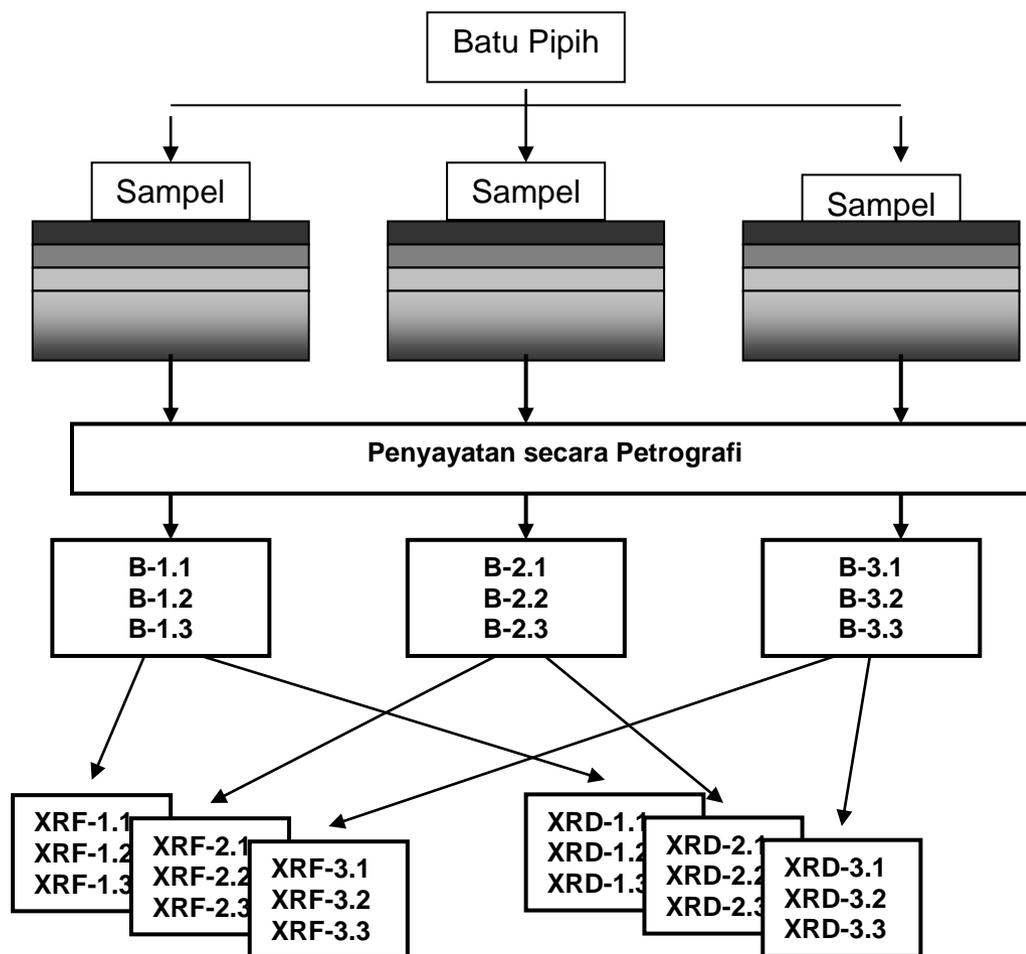
Penelitian deskriptif ini dilaksanakan di laboratorium Kimia Anorganik Jurusan Pendidikan Kimia FMIPA Universitas Pendidikan Ganesha. Pengukuran dengan berbagai instrumentasi advanced yaitu XRF dan XRD dilakukan di laboratorium yang menyediakan jasa untuk itu yaitu XRF di Laboratorium Kimia Universitas Negeri Malang (Malang) dan XRD di Laboratorium XRD ITS (Surabaya).

Sampel batu pipih diambil dari daerah Ponjok Batu Kecamatan Tejakula Kabupaten Buleleng secara *random sampling*. Sampel batu pipih diambil dari tiga tempat penambangan dengan ketinggian yang berbeda secara acak di beberapa lokasi. Di masing-masing lokasi tersebut diambil tiga sampel batu. Sampel batu pipih dicuci dengan HCl encer dan aquades dan dikeringkan. Kemudian sampel batu pipih dipotong persegi panjang dengan ukuran ketebalan rata-rata  $\pm 1,0$  cm (sesuai aslinya), lebar 5,0 cm dan panjang 8 cm seperti pada Gambar 2.

Tiap sampel yang telah dipotong kemudian disayat tipis dengan metode petrografi menggunakan alat pemotong keramik untuk mendapatkan masing-masing

tiga cuplikan sampel yang merupakan hasil sayatan tiga lapisan yaitu lapisan permukaan luar, lapisan dalam dan lapisan tengah yang tiap-tiap lapisan diperoleh dari penyayatan batu pipih setebal kurang lebih 0,8 mm. Tiap-tiap hasil sayatan digerus halus sehingga diperoleh bubuk batu pipih

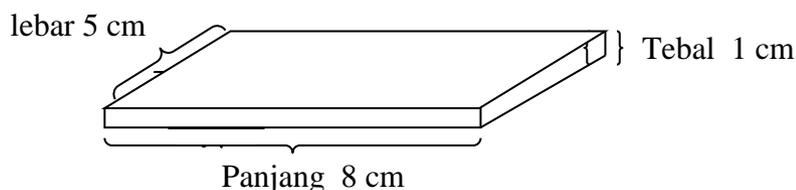
tiap sayatan sampel dengan kode B-1.1, B-1.2 dan B-1.3 berturut-turut cuplikan sampel 1 sayatan 1, sayatan 2 dan sayatan 3. Demikian halnya dengan B-2.1, B-2.2, B-2.3 dan B-3.1, B-3.2, B-3.3. Tiap-tiap bubuk disaring melewati saringan 80 mesh.



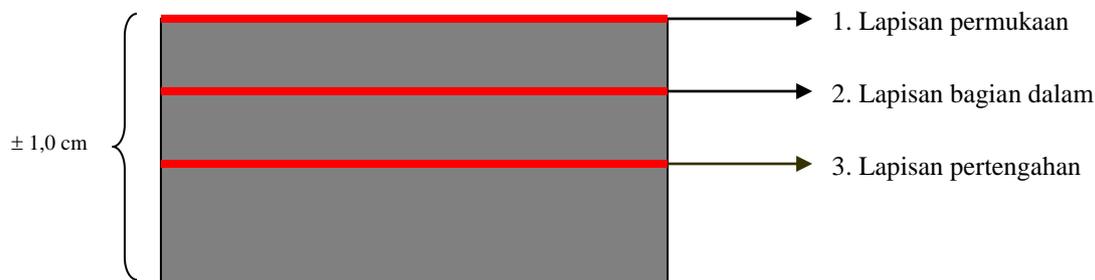
Gambar 1 Skema rancangan penelitian

Keterangan:

1. Simbol **B-1.2** menunjukkan bubuk batu pipih sampel 1 lapisan sayatan 2.
2. Simbol **XRF-1.2** menunjukkan data hasil pengukuran XRF batu pipih sampel 1 lapisan sayatan 2.



Gambar 2 Batu pipih yang telah dipotong persegi panjang



Gambar 3 Penampang Sayatan Batu Pipih

Pengukuran XRF dan XRD telah dilakukan masing-masing terhadap 9 sampel bubuk tersebut. Data absorbansi XRF diolah dengan membandingkan dengan data standar unsur-unsur yang muncul pada peak-peak spektra yang selanjutnya dikonversi menjadi data kandungan unsur-unsur (% m/m). Data difraktogram XRD yang berupa angka-angka (x,y) dimana x adalah sudut  $2\theta$  dan y adalah intensitas disajikan dalam bentuk gambar difraktogram tiap-tiap bubuk sampel.

Data kandungan logam-logam dan non logam hasil pengolahan data dari XRF dianalisis secara deskriptif dan komparatif. Analisis diawali dengan mendeskripsikan kandungan rerata tiap-tiap unsur logam dan non logam secara umum untuk batu pipih dari lokasi penelitian dan mengkomparasikannya dengan kandungan rerata unsur-unsur logam dan non logam tersebut dalam kerak bumi seperti yang tertera dalam literatur. Selanjutnya, kandungan tiap-tiap logam rerata tiap-tiap sampel batu pipih dibandingkan satu dengan yang lainnya untuk memperoleh gambaran ada tidaknya variasi sampel batu

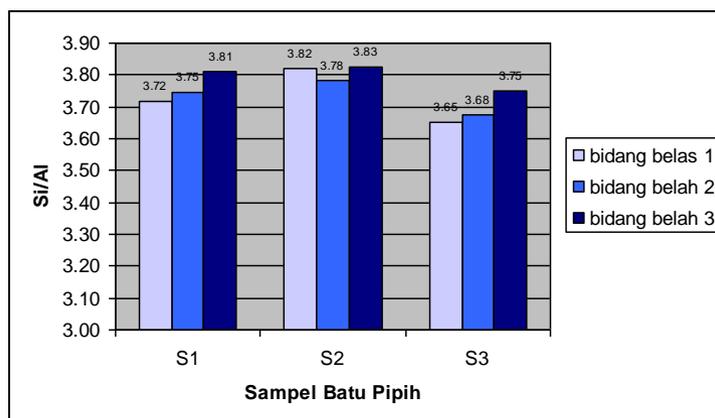
pipih antar titik lokasi pengambilan sampel. Sedangkan kandungan unsur-unsur tiap-tiap sayatan untuk tiap-tiap sampel batu pipih dikomparasikan untuk memperoleh gambaran ada tidaknya perbedaan atau tidaknya keteraturan kandungan tiap-tiap unsur dalam berbagai sayatan tiap sampel (bidang belah dan non belah. Hal ini dipakai membahas pengaruh berbagai kandungan unsur-unsur logam dan non logam fenomena belah pipih yang teratur dari batu pipih tersebut. Data hasil identifikasi fase senyawa-senyawa batuan (mineral-mineral) yang terdapat pada tiap cuplikan yang berupa bubuk sayatan sampel dianalisis secara komparatif deskriptif.

## HASIL DAN PEMBAHASAN

*X-ray fluorescence* yang dipapar pada bubuk sampel batu pipih menghasilkan pola serapan fluoresensi seperti pada Lampiran 1. Analisis terhadap serapan tersebut menggunakan serapan standar menghasilkan persentase (%) kandungan unsur-unsur logam yang terdapat pada bubuk batu pipih. Persentase yang dimaksud hanya relatif terhadap

keseluruhan luas peak yang muncul pada pola serapan, artinya luas peak tertentu untuk unsur logam tertentu dibandingkan dengan keseluruhan luas peak yang muncul dan dikoreksi menggunakan serapan standar dari unsur-unsur tersebut.

Perbandingan kandungan silikon dengan aluminium (Si/Al) untuk bidang-bidang belah tiap-tiap sampel dapat dibuat grafik seperti pada Gambar 4.

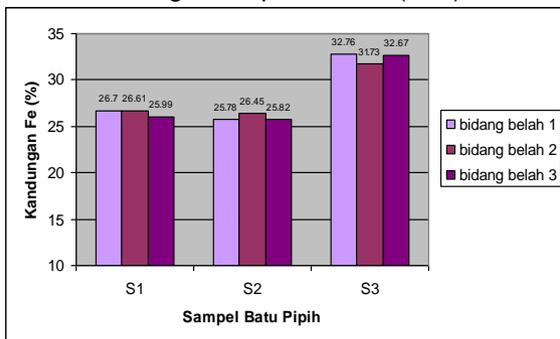


Gambar 4 Si/Al sampel batu pipih dan bidang-bidang belahnya

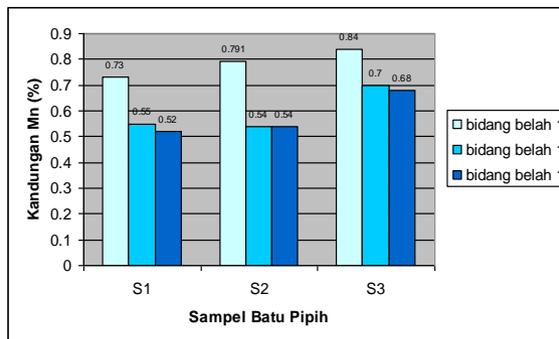
Gambar 4 memperlihatkan bahwa batu pipih sampel 1 (S1) bidang belahnya (S11) memiliki Si/Al yang paling rendah dan memiliki kecenderungan semakin meningkat ke arah bidang tahan belah (S13). Hal serupa terjadi pada sampel batu pipih 3 (S3). Tetapi, sampel batu pipih 2 justru lapisan kedua (S22) memiliki Si/Al lebih kecil dibandingkan lapisan luar (S21) dan

lapisan dalam (S23). Secara umum dapat disampaikan bahwa kecenderungan Si/Al semakin besar pada bidang tahan belah.

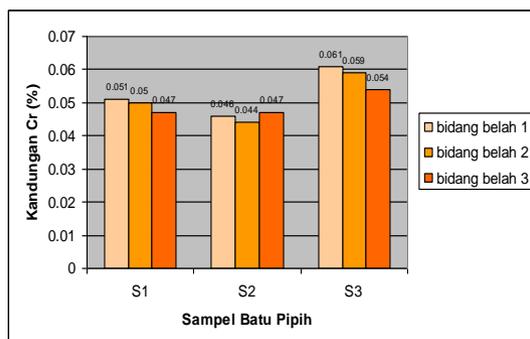
Perbandingan kandungan unsur-unsur logam transisi sampel-sampel batu pipih dan bidang-bidang belah batu pipih dapat disajikan pada Gambar 5(a-d) di bawah ini.



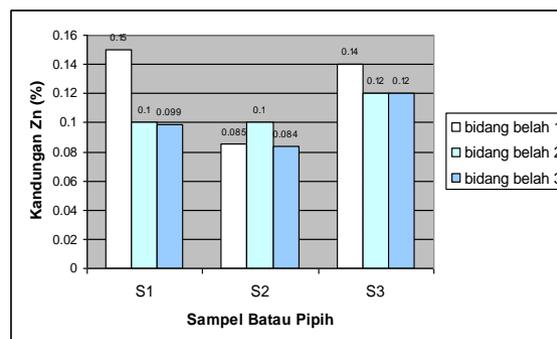
(a)



(b)



(c)



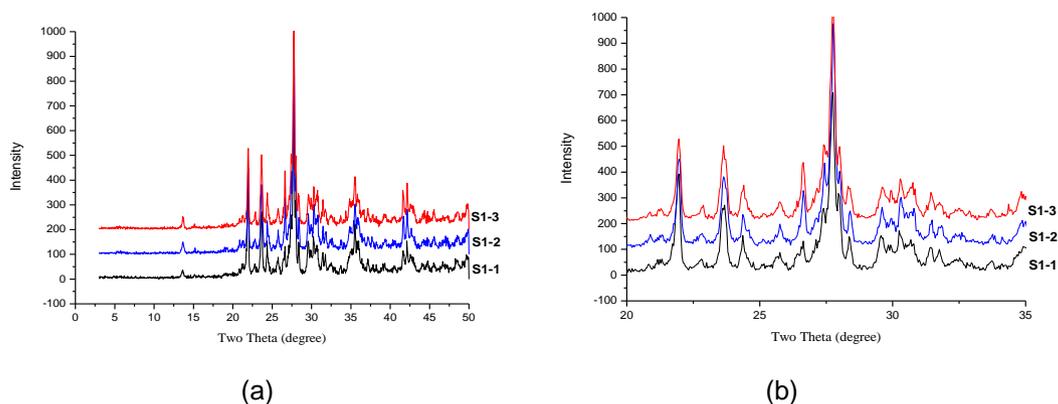
(d)

Gambar 5 Perbandingan kandungan (%) unsur-unsur logam transisi (a) Fe; (b) Mn; (c) Cr; dan (d) Zn sampel batu pipih dan bidang-bidang belahnya

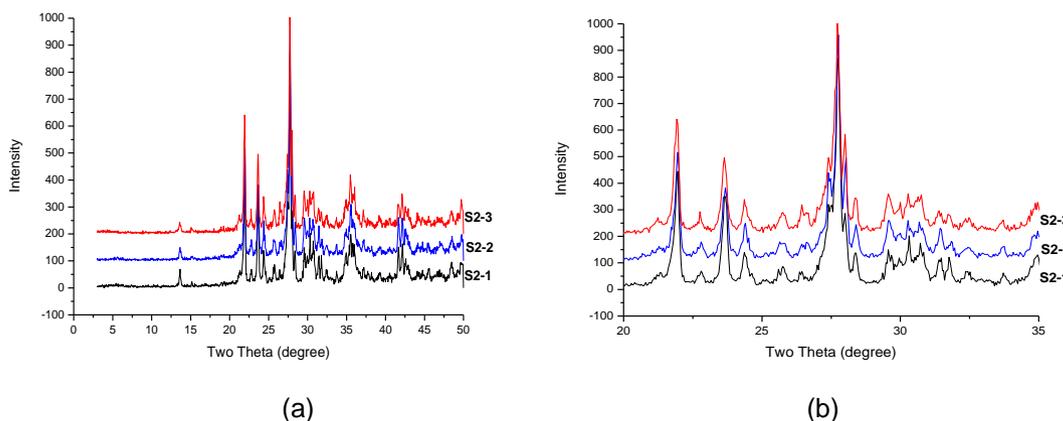
Gambar 5 di atas mempertegas bahwa kandungan beberapa unsur-unsur logam transisi cenderung mengarah ke bidang belah.

Bubuk batu pipih hasil sayatan petrografi untuk bidang belah 1, 2 dan 3 tiap-tiap sampel dipapar dengan sinar-X Cu K- $\alpha$ 1 ( $\lambda = 146,1$  pm) yang dihasilkan dari tabung katoda dengan logam tembaga sehingga dihasilkan difraksi-difraksi sinar-X yang selanjutnya direkam sebagai pola-pola difraksi. Pengukuran dilakukan dengan sudut  $2\theta = 3 - 50^\circ$ . Pola-pola difraksi kemudian disajikan sebagai grafik seperti pada Gambar 6(a-b) sampai dengan Gambar 8(a-b) untuk berturut-turut sampel S1, S2 dan S3 beserta masing-masing ketiga bidang belah yang dikaji. Gambar 6 (a) memperlihatkan susunan pola-pola difraksi S11, S12 dan

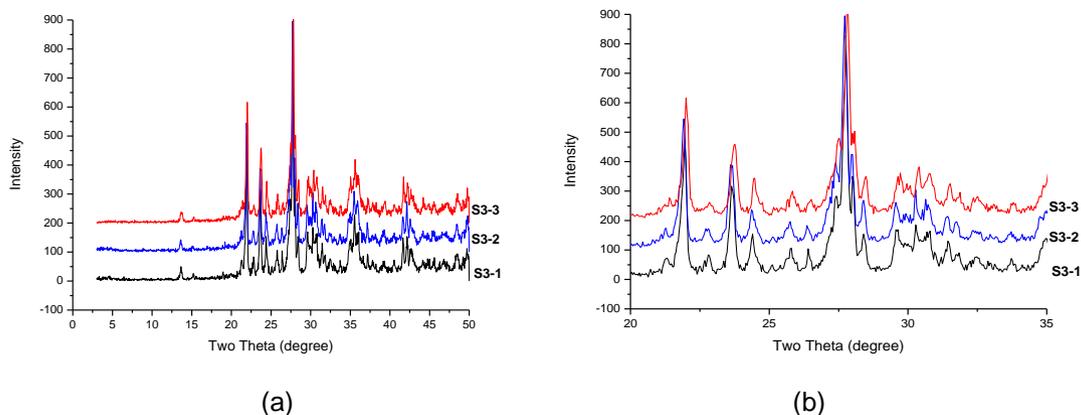
S13 dengan sudut  $2\theta = 3 - 50^\circ$  dan Gambar 6(b) menunjukkan pola-pola difraksi pada  $2\theta = 20 - 50^\circ$  untuk melihat perbedaan yang mungkin muncul dari ketiga pola difraksi yang dipersandingkan. Gambar 7(a) memperlihatkan susunan pola-pola difraksi S21, S22 dan S23 dengan sudut  $2\theta = 3 - 50^\circ$  dan Gambar 7 (b) menunjukkan pola-pola difraksi pada  $2\theta = 20 - 50^\circ$  untuk melihat perbedaan yang mungkin muncul dari ketiga pola difraksi tersebut. Sedangkan Gambar 8(a) memperlihatkan susunan pola-pola difraksi S31, S32 dan S33 dengan sudut  $2\theta = 3 - 50^\circ$  dan Gambar 8(b) menunjukkan pola-pola difraksi pada  $2\theta = 20 - 50^\circ$  untuk melihat perbedaan yang mungkin muncul dari ketiga pola difraksi tersebut.



Gambar 6 Pola-pola Difraksi Sampel S1 dan Bidang-Bidang Belahnya pada (a)  $2\theta = 3 - 50^\circ$  dan (b)  $2\theta = 20 - 50^\circ$



Gambar 7 Pola-pola Difraksi Sampel S2 dan Bidang-Bidang Belahnya pada (a)  $2\theta = 3 - 50^\circ$  dan (b)  $2\theta = 20 - 50^\circ$



Gambar 8 Pola-pola Difraksi Sampel S3 dan Bidang-Bidang Belahnya pada (a)  $2\theta = 3 - 50^\circ$  dan (b)  $2\theta = 20 - 50^\circ$

Berdasarkan Gambar 6 – 8 di atas, terlihat bahwa pola difraksi dari bubuk-bubuk sayatan petrografi berbagai bidang belah tiap-tiap sampel menunjukkan kemiripan posisi-posisi  $2\theta$  tetapi intensitas peak yang agak berbeda. Hal ini berarti bahwa fase utama atau mineral-mineral penyusun batu pipih adalah sama tetapi komposisinya yang berbeda.

Perbedaan hasil pengukuran kandungan unsur-unsur logam yang menggunakan AAS dan XRF dapat dijelaskan sebagai berikut. Prinsip pengukuran kandungan unsur-unsur dalam suatu sampel menggunakan AAS adalah mengukur intensitas cahaya yang diteruskan oleh sampel cair yang berkorelasi dengan intensitas serapan spektronik oleh unsur-unsur yang terdapat pada sampel dan menurut hukum Lambert-Beer berkorelasi dengan konsentrasi (menggunakan pembanding serapan larutan standar). Pengukuran ini sangat spesifik tiap unsur logam yang diteliti (spesifik terhadap lampu reference) dan pengukuran ini khusus untuk konsentrasi yang sangat encer. Pengukuran AAS sangat diganggu oleh adanya interferensi-interferensi yang datang dari larutan itu sendiri maupun unsur-unsur yang memiliki serapan yang mirip. Sementara itu, pengukuran dengan XRF adalah pemaparan langsung bubuk padatan dengan sinar-X fluoresensi. Spektrum-spektrum yang terukur merupakan spektrum yang khas terhadap unsur tertentu dan semua unsur-unsur yang menyusun mineral-mineral yang terdapat pada bubuk sampel yang memiliki sifat aktif terhadap XRF akan menghasilkan peak-peak pada pola spektranya. Dengan mengukur luas peak tertentu untuk unsur tertentu dan membandingkannya dengan luas seluruh peak yang muncul maka dapat ditentukan komposisi dari unsur-unsur yang menyusun mineral-mineral yang ada. Namun, beberapa unsur yang tidak reaktif tidak dapat diukur dan tidak dilibatkan dalam perhitungan. Dengan demikian, perhitungan kuantitatif kandungan (%) unsur-unsur relatif hanya terhadap unsur-unsur yang teramati

spektrumnya. Walaupun demikian, kedua pengukuran dapat dipergunakan untuk tujuan membandingkan komposisi tiap-tiap lapisan sampel batu pipih.

Berdasarkan data yang diperoleh baik hasil analisis XRF maupun XRD, secara umum dapat ditemukan bahwa fase-fase utama (mineral-mineral utama) penyusun batu pipih tidak berbeda antara sayatan bidang-bidang belah tiap sampel. Tetapi, komposisi unsur-unsur penyusun mineral-mineral tersebut yang berbeda, dimana kandungan silikon (Si) dan aluminium (Al) sebagai penyusun kerangka aluminosilikat (kerangka utama batuan) cenderung lebih besar ke arah bidang tahan belah (Si/Al makin besar mengarah ke bidang tahan belah). Sebaliknya, kandungan unsur-unsur logam transisi terutama Fe, Cu, Mn, Cr dan Zn mengarah pada bidang belah (kandungannya dari luar ke dalam semakin kecil). Jika mineral-mineral yang terdapat pada batu pipih mirip atau sama maka kemungkinan posisi Si pada kerangka struktur digantikan oleh ion-ion logam tersebut. Kemungkinan yang lain adalah dengan Si/Al yang lebih kecil, berarti muatan negatif yang terdapat pada kerangka struktur aluminosilikat makin besar sehingga interstisi (celah-celah antar lapisan kerangka struktur aluminosilikat) lebih banyak mengikat ion-ion logam. Pengikatan ion-ion logam pada interstisi ini menyebabkan daya ikat pada kerangka struktur aluminosilikat akan menjadi lebih lemah sehingga lebih rapuh dan terjadilah bidang belah pada posisi tersebut. Prediksi ini perlu dibuktikan lebih lanjut dengan analisis instrumentasi yang memungkinkan untuk itu. Hal-hal lain yang belum terungkap adalah senyawa-senyawa apa sajakah yang menyusun fase-fase mineral yang ada pada batu pipih, bagaimana keterkaitan antara senyawa-senyawa tersebut bidang belah dan bidang tahan belah serta bagaimana mikrostruktur partikel-partikel penyusun batu pipih tiap-tiap bidang belahnya. Beberapa instrumentasi yang disarankan untuk digunakan dalam mengungkap tabir tersebut

adalah spektroskopi infra merah (IR) padatan, *nuclear magnetic resonance*, (NMR) padatan dan *scanning electron microscopy* (SEM) dan analisis termografimetri TG/TGA/DTA.

## SIMPULAN

Berdasarkan analisis XRF diperoleh bahwa kandungan unsur-unsur logam yang terdapat pada batu pipih dan bidang-bidang belahnya menunjukkan variasi dalam komposisi prosentase namun tidak variasi terhadap jenis unsur. Kandungan unsur-unsur logam golongan utama (Si, Al, Ca, K, dan Sr) terutama penyusun kerangka silikat yaitu unsur Si cenderung mengarah pada bidang tahan belah, sementara kandungan unsur-unsur golongan transisi cenderung mengarah pada bidang belah. Identifikasi menggunakan XRD menunjukkan adanya kemiripan yang besar (relatif hampir sama) pola-pola difraksi dari bubuk-bubuk sampel batu pipih dan bubuk-bubuk sayatan bidang-bidang belahnya. Kemiripan yang dimaksud adalah posisi sudut dua theta dari tiap-tiap peak pada pola-pola difraksi yang dibandingkan. Namun terdapat perbedaan intensitas beberapa peak antara bubuk bidang belah yang dibandingkan. Hal ini menunjukkan adanya perbedaan kandungan (%) unsur-unsur penyusun kerangka struktur tanpa mengubah kerangka struktur aluminosilikat-aluminosilkat utama penyusun batu pipih.

## DAFTAR PUSTAKA

Greenwood, N. N. and A. Earnshaw, (2003), *Chemistry of the Elements*, Second Edition, Elsevier, Ltd., Amsterdam.

Karyasa, I.W., Muderawan, IW., dan Wiratini, N. M., 2008. Analisis Kandungan Beberapa Logam dalam Batu Pipih di Kecamatan Tejakula Kabupaten Buleleng, *Laporan Penelitian Research Grand I-MHERE*, Universitas Pendidikan Ganesha.

Karyasa, I W. dan Kirna I M. 2006, Analisis Logam-Logam Transisi dan Identifikasi Senyawa-Senyawa Kimia Batu Merah di Desa Tajun dan Sekitarnya Kabupaten Buleleng Bali, *Laporan Penelitian Fundamental*, Jurusan Pendidikan Kimia, Universitas Pendidikan Ganesha.

Karyasa, I W. 2005. *Characterization Methods: Structural Analysis using XRD and NMR. Makalah dalam Short Course in Solid State Chemistry*. Jurusan Pendidikan Kimia, Fakultas Pendidikan MIPA, IKIP N Singaraja. Singaraja, 11 Februari 2005.

Karyasa, I W. 2005. *Solving Crystal Structure from Powder X-Ray Diffraction Pattern. Wahana MIPA*. Oktober 2005.

Karyasa, I W. 2004. *Synthese und Charakterisierung von binären und ternären Verbindungen im System Metall-Silicium-Kohlenstoff. Disertasi*. Doktor der Naturwissenschaften Technischen Universität Berlin. Berlin: Fakultät II Mathematik und Naturwissenschaften der Technischen Universitas Berlin.