

PENGGUNAAN SINAR-X UNTUK ANALISIS KUALITATIF KRISTAL AMMONIUM PERKLORAT SEBAGAI OKSIDATOR DALAM PROPELAN LAPAN

Oleh :
Kendra Hartaya ¹⁾
Sutrisno ²⁾

Abstrak

Sinar-x melalui sifat difraksinya dapat digunakan untuk analisis kualitatif suatu material kristalin. Sebagai penerapannya, telah dilakukan analisis terhadap kristal ammonium perklorat yang merupakan oksidator dalam pembuatan propelan di LAPAN.

Metode ini berdasarkan pada perbandingan seperangkat harga jarak antar bidang Bragg d untuk sampel ammonium perklorat terhadap harga jarak antar bidang Bragg d pada kartu data ASTM untuk ammonium perklorat. Hasilnya, kristal ammonium perklorat tidak mengandung senyawa asing.

1. PENDAHULUAN

Propelan padat merupakan bahan bakar roket yang dibuat dengan bahan dasar utama oksidator dan fuel binder. Fuel binder berupa polimer organik diantaranya HTPB (Hydroxyl Terminated Polybutadiene), CTPB (Carboxyl Terminated Polybutadiene), PU (polyurethane). Jenis propelan dinamai menurut nama polimernya, misalnya propelan poliuretan, propelan HTPB.

Oksidator, yang digunakan dalam pembuatan propelan di LAPAN adalah ammonium perklorat (AP) dalam bentuk bubuk yang diperoleh dari pasaran luar negeri.

Sifat-sifat bahan dasar (oksidator) sangat berpengaruh pada sifat propelan yang dihasilkan. Agar sifat-sifat propelan yang dihasilkan pada setiap pembuatan propelan dengan bahan dasar dan komposisi yang sama tidak berubah, maka perlu dilakukan standarisasi terhadap sifat-sifat bahan dasar tersebut disamping kondisi proses dan pengerjaannya.

Tulisan ini menyajikan penggunaan sinar-x secara difraksi untuk menganalisis secara kualitatif terhadap kristal oksidator ammonium perklorat yang mana merupakan bahan dasar dalam pembuatan propelan di LAPAN. Hal ini bermaksud untuk mengetahui senyawa-senyawa yang terkandung di dalam oksidator tersebut. Disamping itu, hasil ini dapat dipakai sebagai bahan rujukan sifat dari oksidator ammonium perklorat buatan LAPAN. Keuntungan penerapan dari sinar-x ini adalah murah cepat dan mudah dikerjakan dibanding metode-metode kimia.

1). Peneliti Bidang Propulsi Maju, LAPAN
2). Peneliti Bidang Propelan, LAPAN

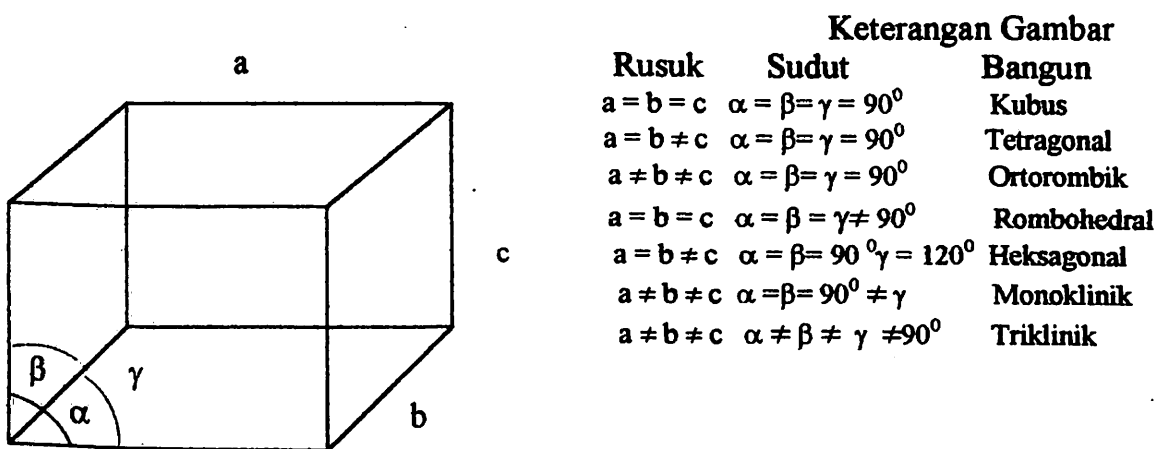
2. TINJAUAN PUSTAKA

2.1. Sinar-x

Sinar-x, yang ditemukan oleh fisikawan Jerman Rontgen pada tahun 1895 adalah radiasi elektromagnetik yang bersifat sama dengan cahaya tampak, tetapi mempunyai panjang gelombang yang jauh lebih pendek. Sinar-x memiliki sifat difraksi, yaitu terjadinya refleksi dari berkas sinar yang jatuh mengenai material pada sudut tertentu. Panjang gelombang sinar-x yang dipakai dalam analisis adalah 0,5 A sampai 2,5 A. Sinar-x dapat dihasilkan oleh tabung sinar-x atau radiasi synchrotron, yang pada prinsipnya adalah perlambatan dari gerakan partikel bermuatan.

2.2. Geometri Kristal

Kristal didefinisikan sebagai padatan yang terdiri dari atom-atom yang tertata menurut pola secara periodik dalam tiga dimensi. Antara atom satu sama lain terdapat suatu hubungan sedemikian sehingga hubungan tersebut membentuk bangun geometri. Berdasarkan sudut dan panjang rusuknya, ada 7 macam bangun geometri kristal.



Gambar 1 : Macam-macam Bangun Geometri Kristal

Setiap bahan yang berbeda mempunyai bentuk bangun geometri yang berbeda pula. Pada setiap bangun geometri terdapat banyak bidang (selanjutnya disebut bidang Bragg), yang mana bidang ini diberi nama oleh Miller dengan notasi angka yang selanjutnya disebut Indeks Miller (berlambang hkl). Pada hkl yang sama untuk bangun geometri yang berbeda akan mempunyai jarak antar bidang Bragg d yang berbeda pula. Jarak antar bidang inilah yang membedakan antara suatu bahan (senyawa) terhadap senyawa lainnya. Dengan melihat jarak antar bidang, maka bahan tersebut dapat diidentifikasi (dikenali) jenisnya.

2.3. Hukum Bragg

Gambar 2 di bawah ini adalah gambar kristal padat dua dimensi yang tersusun atas atom-atom secara periodik. Jika atom-atom dihubungkan secara mendatar, akan diperoleh

garis lurus dan selanjutnya garis lurus ini dianggap sebagai bidang kristal (bidang Bragg) yang berlapis-lapis. Bidang ini seolah-olah dapat berfungsi sebagai cermin yang dapat memantulkan (merefleksikan) berkas sinar datang dengan sudut datang θ° (yang sama dengan sudut refleksi). Dengan alasan ini, secara sekilas antara refleksi dan difraksi adalah serupa. Difraksi dan refleksi berbeda secara fundamental sekurang-kurangnya 3 alasan :

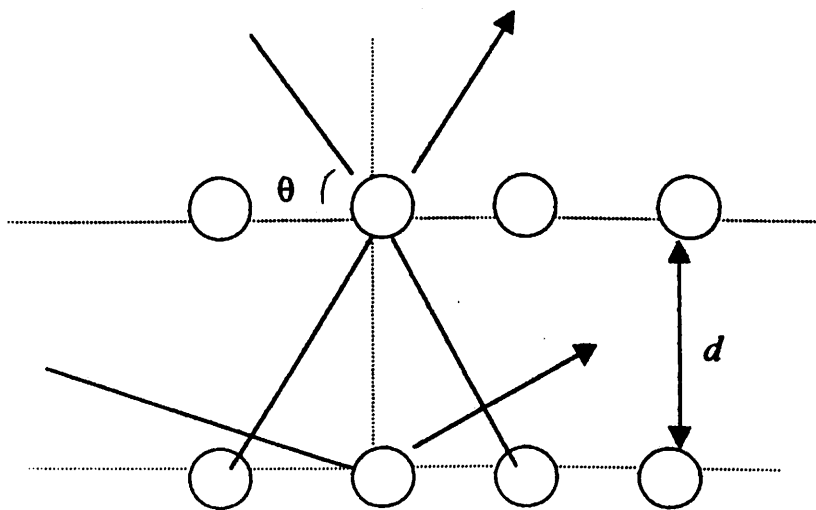
1. Sinar terdifraksi tersusun dari sinar hamburan oleh semua atom yang berada pada sinar datang, sedangkan refleksi hanya diakibatkan oleh permukaan saja.
2. Difraksi sinar-x monokromatis hanya terjadi pada sudut-sudut tertentu dari berkas sinar datang yang memenuhi Hukum Bragg ($\lambda=2d \sin \theta$), sedangkan refleksi terjadi pada semua sudut.
3. Intensitas berkas sinar refleksi hampir sama dengan intensitas sinar datang, sedangkan intensitas sinar difraksi sangat kecil daripada intensitas sinar datang.

Hukum Bragg dengan $\lambda = 2d \sin \theta$

λ : Panjang gelombang sinar datang

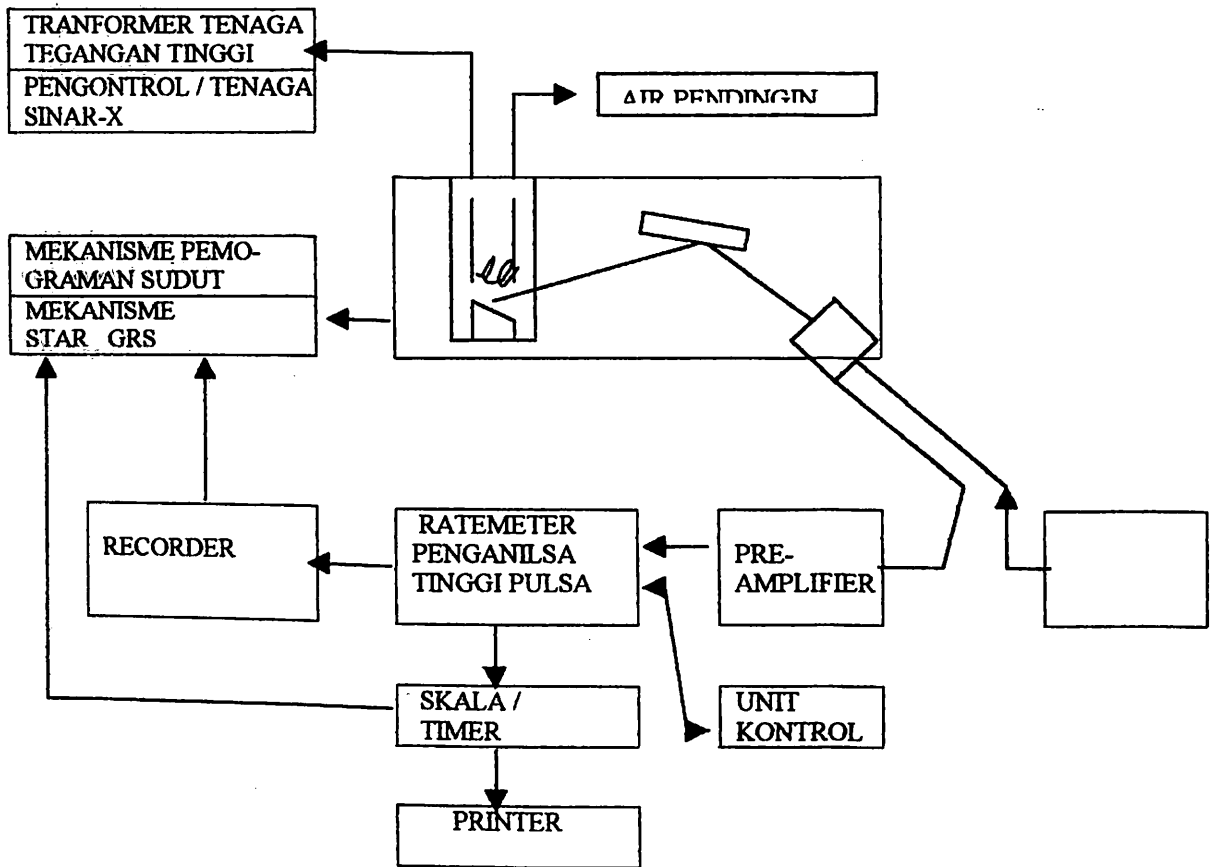
θ : Sudut Difraksi

d : Jarak antar Bidang Bragg (bidang Kristal)



Gambar 2 : Difraksi sinar-x oleh Kristal

Gambar 3. dibawah ini menunjukkan diagram blok dari peralatan X-ray Diffractometer XD-3 yang digunakan analisa kualitatif kristal ammonium perklorat.



2.4. Analisis dengan Sinar-x secara Difraksi

Suatu zat biasanya mempunyai pola difraksi yang khas, apakah zat tersebut berada dalam keadaan murni atau berada sebagai campuran. Atas dasar inilah analisis dengan sinar-x secara difraksi dikerjakan. Analisis kualitatif suatu zat dilaksanakan dengan mengidentifikasi pola difraksi zat tersebut. Analisis kuantitatif pada prinsipnya dapat dikerjakan karena besar intensitas garis difraksi yang disebabkan oleh suatu zat dalam campuran tergantung pada fraksinya. Intensitas difraksi dirumuskan sebagai

$$I = (I_0 e^4 / m^2 c^4) (\lambda^3 A / 32 \pi r^2 v^2) (|F|^2 p \frac{1 + \cos 2\theta}{\sin \theta \cos \theta}) (e^{-2m/2\mu}) \dots \dots \dots (2-1)$$

Dengan :

- I : Intensitas per satuan panjang garis difraksi
- I_0, λ : Intensitas dan panjang gelombang berkas sinar datang
- A : Luas tampang lintang yang dikenai sinar datang
- R : Jari-jari lingkaran difraktometer
- E, m : Muatan dan massa elektron
- C : Kecepatan cahaya
- V : volume sel satuan

- F : Faktro struktur
- θ : Sudut difraksi
- P : Multiplisitas
- μ : Koefisien absorpsi Linier
- e^{-2m} : Faktor temperatur

2.4. Analisis kualitatif

Pola difraksi suatu zat adalah karakteristik dari zat tersebut dan membentuk sidik jari (fingerprint), melalui sidik jari ini zat tersebut dapat diidentifikasi. Pola difraksi berbagai jenis zat tersebut telah disusun oleh Hanawalt berdasar posisi sudut 2θ dan intensitas relatif I/I_0 . Dari hukum Bragg, sudut 2θ dapat diubah ke harga jarak antar bidang Bragg d . Dengan mencocokkan pola difraksi ini terhadap pola difraksi sampel, amak sampel dapat diketahui jenisnya.

3. PROSEDUR KERJA

Langkah-langkah yang ditempuh dalam melakukan analisis adalah sebagai berikut :

A. Tahap Preparasi Sampel

- 1) Sampel bubuk dibuat halus dengan cara digerus
- 2) Setelah halus dicetak dalam cetakan lempengan berlobang segi empat dengan permukaan halus.
- 3) Sampel bersama tempat cetakan dipasang di tempat spesimen untuk pemeriksaan dengan difraksi sinar-x.

B. Tahap Pemeriksaan Sampel dengan Alat Difraksi Sinar-x

1. Dilakukan pendifraksian sinar-x terhadap sampel untuk mendapatkan posisi sudut 2θ dan intensitas relatif I/I_0 .
2. Posisi sudut 2θ diubah menjadi jarak antar bidang Bragg d dengan hukum Bragg.
3. Ditentukan 3 harga d dengan intensitas tertinggi
4. Tiga harga d ini akan menunjukkan nomer seri kartu data ASTM
5. Harga d sampel dicocokkan dengan d (toleransi 0,02 Å) pada kartu data ASTM.
6. Intensitas relatifnya dibandingkan
7. Nama zat akan dapat dibaca pada kartu data ASTM tersebut jika harga d cocok

4. DATA DAN ANALISIS

4.1. Data

Tabel 1 di bawah ini adalah data pendifraksian sinar-x terhadap sampel kristal Ammonium Perklorat.

Tabel 1 : Data 2θ , d , I/I_0 untuk sampel Ammonium Perklorat (AP).

No.	$2\theta^\circ$	$d \text{ \AA}$	$I/I_0\%$	No.	$2\theta^\circ$	$d \text{ \AA}$	$I/I_0\%$
1.	15,105	6,8203	1,2	16.	47,525	2,2247 *	0,7
2.	17,800	5,7942 *	2,0	17.	48,400	2,1868 *	2,4
3.	22,491	4,5967 *	1,3	18.	51,414	2,0666 *	0,1
4.	22,585	4,5819 *	11,5	19.	52,015	2,0444 *	0,2
5.	25,160	4,1158	0,6	20.	52,195	1,9350 *	0,6
6.	26,349	3,9331 *	1,1	21.	57,585	1,8612 *	2,9
7.	26,440	3,9198 *	10,6	22.	58,355	1,8388 *	1,2
8.	27,906	3,7176 *	51,1	23.	61,735	1,7472 *	0,1
9.	27,750	3,6107 *	100,0	24.	63,880	1,6945 *	1,1
10.	31,995	3,2527 *	8,9	25.	67,585	1,6122 *	1,3
11.	35,105	2,9724 *	13,0	26.	70,685	1,5497 *	0,7
12.	36,000	2,9009 *	1,4	27.	71,668	1,5312 *	0,2
13.	40,380	2,5973 *	2,1	28.	75,705	1,4609 *	2,1
14.	44,360	2,3745 *	0,4	29.	77,195	1,4369 *	0,6
15.	45,800	2,3037 *	0,2	30.			

Tabel 2 : Data 2θ , d , I Ammonium Perklorat (Hanawalt)

No.	$d \text{ \AA}$	I/I_0 (%)	No.	$d \text{ \AA}$	I/I_0 (%)
1.	5,8000	25	21.	1,9330	2
2.	4,5800	100	22.	1,8590	12
3.	3,9220	45	23.	1,8500	12
4.	3,7040	35	24.	1,8340	4
5.	3,6110	60	25.	1,7560	< 1
6.	3,4550	10	26.	1,6900	2
7.	3,2490	50	27.	1,6110	12
8.	2,9700	40	28.	1,5460	4
9.	2,8990	25	29.	1,5460	2
10.	2,5950	30	30.	1,5380	4
11.	2,5520	4	31.	1,4562	6
12.	2,3740	4	32.	1,4361	2
13.	2,3340	2	33.	1,4217	2
14.	2,3050	4	34.	1,4076	2
15.	2,2430	2	35.	1,3977	4
16.	2,2050	12	36.	1,3792	2
17.	2,1910	16	37.	1,3680	2
18.	2,0540	< 1	38.	1,3287	2
19.	2,0470	4	39.	1,3206	2
20.	1,9610	2	40.	1,3112	2

4.2. Analisis

Dari data tabel 1 di atas, jenis komponen lain yang ada di dalam sampel kristal ammoniumperklorat dapat diidentifikasi, yaitu dengan mencocokkan harga d (jarak antar bidang Bragg). Dengan mengambil tiga harga d dengan intensitas tertinggi dalam tabel 1, dan mencocokkannya pada kartu Hanawalt maka tiga harga d tersebut menunjukkan nomor seri 8-451, yaitu nomor seri untuk kartu data ammonium perklorat, maka harga d yang cocok ditandai dengan lambang bintang (*). Harga d tanda bintang dalam sampel adalah harga untuk ammonium perklorat. Oleh sebab itu, harga d yang tidak cocok ($6,8203 \text{ \AA}$ dan $4,1158 \text{ \AA}$) adalah dari senyawa lain. Harga d selengkapnya untuk senyawa lain ini kemungkinan bertumpang tindih dengan harga d untuk ammonium perklorat. Namun setelah dilacak lebih jauh, tidak ditemukan nama senyawa yang memiliki harga $d = 4,1158 \text{ \AA}$ dan d lain yang bertumpang tindih dengan d pada ammonium perklorat. Maka, dapat dinyatakan bahwa kedua harga d yang tersebut kemungkinan besar berasal dari ammonium perklorat. Dengan kata lain bahwa ammonium perklorat adalah murni (tidak ada zat lain kecuali ammonium perklorat). Alasan pertanyaan ini adalah bahwa adanya sudut 2θ yang berimpit, seperti sudut $52,015^\circ$ berimpit dengan sudut $52,195^\circ$. Jadi, kemungkinan $d = 6,8203 \text{ \AA}$, sedangkan $d = 4,1158 \text{ \AA}$ adalah harga d pada sudut yang berimpit dengan harga d pada sudut $26,439^\circ$.

5. KESIMPULAN

Sinar-X melalui sifat difraksinya dapat dipakai untuk menganalisis (identifikasi) suatu material, dan material yang dapat di analisis dengan sinar-x secara difraksi adalah material yang bersifat kristalin.

Analisis dilakukan dengan mencocokkan harga jarak antar bidang Bragg d untuk suatu material (hasil difraksi) terhadap harga jarak antar bidang Bragg d untuk kartu data. Kartu data ini memuat nama senyawa yang dicari.

Sebagai contoh penerapan sinar-x ini adalah untuk menganalisis kualitatif senyawa lain yang ada dalam sampel ammonium perklorat. Hasilnya sampel ammonium perklorat tidak mengandung senyawa lain.

6. DAFTAR PUSTAKA

- Cullity, B.D., 1959., *Elements of X-ray Diffraction*, Addison Wesley Pub Co Inc, England,
- Klug, Harold P., 1974, *X-ray Diffraction Procedures*, Edisi III, John Wiley and sons, New York
- Sutrisno, Mashuda Yusuf, . 1994, *Penelitian Komposisi Isosianat-Curative dalam upaya menaikkan Impuls Jenis Propelant Poliuretan*, proceeding LAPAN No. DII / 01-94.