

Identifikasi Jenis Impuritas Terhadap Bubuk Almunium Dengan Difraksi Sinar-X*

Geni Rosita

Bidang Material Dirgantara, Pusat Teknologi Dirgantara Terapan, LAPAN

ABSTRACT

Qualitative identification of imported almunium (Al) from China and Germany has been done by using X-ray diffraction method. This method is based on comparing of Bragg interspace instance (d) of sample against Bragg interspace distance (d) in ASTM data card for almunium. The result is that each imported almunium containing different kinds of impurities. However, the kind of impurity could not be identified.

ABSTRAK

Telah dilakukan identifikasi secara kualitatif terhadap almunium impor dari Cina dan Jerman dengan metode difraksi Sinar-X. Metode ini mendasarkan pada perbandingan seperangkat harga jarak antarbidang Bragg (d) hasil pendifraksian sampel terhadap seperangkat jarak antarbidang Bragg pada kartu data ASTM untuk almunium. Hasilnya adalah masing-masing almunium impor mengandung impuritas yang berbeda. Namun jenis impuritas tersebut tidak dapat diidentifikasi.

1. PENDAHULUAN

Salah satu zat additif yang ditambahkan ke dalam propelan padat adalah almunium (Al). Oleh karena itu kualitas bubuk Al akan berpengaruh terhadap kinerja propelan padat. Dengan komposisi berat tertentu, bahan ini dapat meningkatkan pembakaran propelan.

Selama ini LAPAN menggunakan Al yang diimpor dari Cina dan Jerman. Kondisi Al dari kedua negara tersebut ada kemungkinan memiliki kualitas yang berbeda dan dirasakan perlu untuk mengetahui perbedaannya.

Tulisan ini menyajikan identifikasi jenis impuritas terhadap bubuk Al yang diimpor dari Cina dan Jerman dengan menggunakan metode difraksi Sinar-X. Pemilihan metode ini dengan alasan murah dan cepat serta hanya memerlukan sampel dalam jumlah sedikit dibandingkan apabila digunakan metode kimia.

Tujuan penelitian ini adalah untuk mengetahui jenis impuritas yang terkandung di dalam masing-masing almunium tersebut.

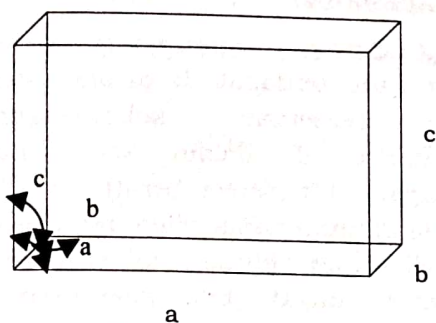
2. TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Sinar-X

Sinar-X adalah radiasi gelombang elektromagnetik yang mempunyai panjang gelombang sangat pendek dan memiliki sifat sama dengan cahaya tampak, yaitu sifat difraksi pada material. Difraksi adalah terjadinya refleksi dari berkas Sinar-X atau radiasi synotron, yang pada prinsipnya merupakan perlambatan gerakan dari partikel bermuatan. Sinar-X dapat digunakan untuk analisis pada daerah panjang gelombang 0,5 Angstrom sampai dengan 2,5 Angstrom.

2.2 Difraksi Sinar-X

Kristal didefinisikan sebagai padatan yang terdiri atas atom-atom yang tertata rapi menurut pola periodik dalam arah tiga dimensi. Antara atom satu dengan atom lain terdapat suatu hubungan sedemikian rupa sehingga hubungan tersebut membentuk bangun geometri, yang secara umum disajikan pada Gambar 2-1.



Gambar 2-1: Bangun geometri dari kristal

Berdasarkan kombinasi sudut dan panjang rusuk, ada 7 macam bangun geometri kristal. Nama dari 7 macam bangun kristal disajikan dalam Tabel 2-1.

Tabel 2-1: NAMA BANGUN GEOMETRI KRISTAL

Panjang Rusuk	Besar Sudut	Bangun Kristal
$a=b=c$	$\alpha=\beta=\gamma=90^\circ$	Kubus
$a=b \neq c$	$\alpha=\beta=\gamma=90^\circ$	Tetragonal
$a \neq b \neq c$	$\alpha=\beta=\gamma=90^\circ$	Orthorombik
$a=b=c$	$\alpha=\beta=90^\circ \neq \gamma$	Rombohedral
$a=b \neq c$	$\alpha=\beta=90^\circ \gamma=120^\circ$	Hexagonal
$a \neq b \neq c$	$\alpha=\beta=90^\circ \neq \gamma$	Monoklinik
$a \neq b \neq c$	$\alpha \neq \beta \neq \gamma \neq 90^\circ$	Triklinik

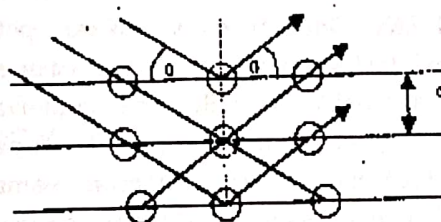
Setiap bahan murni mempunyai bentuk bangun geometri yang berbeda dengan bahan murni lainnya. Pada setiap bangun geometri terdapat banyak bidang yang arahnya berbeda-beda. Bidang tersebut selanjutnya dinamakan bidang kristal atau bidang Bragg, bidang ini dapat mendifraksikan berkas cahaya yang datang mengenainya ke arah sudut tertentu yang besarnya sama dengan sudut sinar datang. Nama dan arah bidang Bragg ini diberi notasi dengan 3 angka (hkl) oleh W.H Miller.

Hal ini berguna untuk membedakan satu bidang dengan bidang lain dalam suatu bangun geometri kristal. Sebuah bidang kristal memiliki banyak bidang paralel. Jarak antara bidang paralel ini dapat ditentukan. Nama bidang yang sama dari dua buah bangun yang berbeda akan memiliki

jarak yang berbeda pula. Inilah yang membedakan antara bahan dengan bangun tertentu terhadap bahan lain dengan bangun lain. Dengan melihat jarak antarbidang Bragg tersebut, maka bahan dapat diidentifikasi (dikenali) jenisnya.

Bidang Bragg dapat berfungsi sebagai cermin yang dapat merefleksikan berkas Sinar-X yang datang mengenainya. Secara sekilas antara difraksi dan refleksi sangat serupa. Difraksi dan refleksi berbeda secara fundamental sekurang-kurangnya 3 alasan:

- Sinar terdifraksi tersusun dan sinar hamburan oleh semua atom yang berada pada sinar datang. Sedangkan refleksi hanya diakibatkan oleh permukaan saja.
- Difraksi Sinar-X monokromatis hanya terjadi pada sudut-sudut tertentu dari berkas sinar datang yang memenuhi hukum Bragg, sedangkan refleksi terjadi pada semua sudut, seperti terlihat pada Gambar 2-2.



Gambar 2-2: Difraksi Sinar-X oleh kristal
Hukum Bragg dapat dinyatakan oleh persamaan:

$$n\lambda = 2d \sin \theta$$

dengan:

- λ adalah panjang gelombang Sinar-X
- θ adalah sudut difraksi
- d adalah jarak antara bidang Bragg
- n adalah bilangan bulat 1,2,3,...

- Intensitas berkas sinar refleksi hampir sama dengan intensitas sinar datang, sedangkan intensitas sinar difraksi sangat kecil dari pada intensitas sinar datang.

2.3 Analisis Material Dengan Difraksi Sinar-X

Analisis ini mendasarkan pada karakteristik pola difraksi yang dihasilkan oleh adanya zat, baik dalam keadaan murni maupun dalam keadaan campuran. Analisis kualitatif dilakukan dengan mengidentifikasi pola-pola dan zat tersebut, sedangkan kesebandingan antara jumlah zat yang ada dalam campuran dan besarnya intensitas akan memungkinkan untuk analisis kuantitatif. Metode difraksi Sinar-X ini memiliki keunggulan dibanding dengan metode lainnya, yaitu sampel yang dibutuhkan sedikit dan bersifat non-destruktif.

Pola difraksi suatu zat adalah karakteristik dan zat tersebut yang berbentuk sidik jari (fingerprint), melalui sidik jari ini zat tersebut dapat diidentifikasi. Pola difraksi bermacam-macam zat telah disusun oleh Hannawalt berdasarkan posisi 2θ dan intensitas relatif I/I_0 . Dengan mencocokkan pola difraksi terhadap pola difraksi sampel, maka sampel dapat diketahui jenisnya. Karena lebih dari satu zat dapat memiliki harga d yang hampir sama, maka pencocokan dilakukan dengan mengambil 3 harga d dengan intensitas relatif tertinggi.

Tiga harga d (toleransi 0,02 Angstrom) ini akan memberikan kemungkinan berbagai jenis zat berikut nomor seri kartu data Hannawalt (ASTM/JCPDS). Di dalam kartu tersebut tercantum harga d selengkapnya dan nama zat tersebut. Jika harga d dan harga pola difraksi sampel sama seluruhnya dengan d pada kartu Hannawalt maka zat tersebut adalah murni. Jika harga d hanya sama sebagian maka harga d sisa menunjukkan adanya zat asing (pencampur), yang kemudian dapat diidentifikasi lebih lanjut.

2.4 Aluminium

Aluminium merupakan unsur logam yang terdapat di dalam kerak bumi. Persentase kelimpahannya (abundance) di dalam kerak bumi mencapai 8,3 % (persen berat).

Aluminium dapat ditemukan secara luas di dalam batuan mineral beku, aluminium dapat juga ditemukan di dalam mineral-mineral jarang (rare minerals) seperti dalam Spinel ($MgAl_2O_4$), Alumina (Al_2O_3), dan dalam batu-batu permata seperti shafir dan ruby. Ketersediaan aluminium yang cukup melimpah di alam ini telah membuat Al dipakai dalam berbagai aplikasi.

Saat ini aluminium baik dalam bentuk logam murni maupun alloy-nya dan juga senyawa-senyawa turunannya, telah digunakan secara luas seperti untuk bahan-bahan kelistrikan, bahan keramik, katalis, konduktor ionik, dan sebagainya. Secara kimia, Al menunjukkan sifat-sifat logam yang khas, tetapi aluminium menunjukkan banyak kemiripan dengan boron. Aluminium dengan bilangan oksidasi +3 dapat berikatan dengan hampir semua unsur-unsur non logam untuk membentuk suatu senyawa.

Sifat-sifat fisika Al antara lain sebagai berikut:

- a. Logam Al murni merupakan logam lunak berwarna putih keperakan dengan struktur kristal berbentuk kubus yang memiliki densitas 2,7 gr/ml pada temperatur 20° C.
- b. Aluminium yang bernomor atom 13 dengan berat atom r_n 26,98 memiliki titik didih 2327° C dan titik lebur 660° C.
- c. Di antara sifat-sifat fisika Al yang sangat menguntungkan apabila dibandingkan dengan logam-logam lainnya adalah ringan, tak beracun, non magnetik, mengkilat, memiliki konduktivitas listrik dan termal yang tinggi, tahan korosi, mudah ditempa dan dibentuk.

3. PROSEDUR IDENTIFIKASI

Identifikasi dapat dilakukan dengan langkah sebagai berikut:

- Ditentukan 3 harga d dan data difraksi sampel (d_1, d_2, d_3); d_1 adalah d yang memiliki I/I_0 100 %; d_2 adalah d yang memiliki I/I_0 di bawah I/I_0 d_1 ; d_3 adalah d yang memiliki I/I_0 di bawah I/I_0 d_2 .
- Dicari kisaran (range) harga yang memuat harga di dalam kartu ASTM.
- Dicocokkan harga d_2 dan d_3 sampel (toleransi $\pm 0,02$ Angstrom).
- Tiga harga d yang cocok akan memberikan nomor seri. Nomor seri ini untuk mencocokkan semua harga d.
- Setelah harga d cocok, cocokkan I/I_0 .
- Harga d sisa dikumpulkan, dan intensitasnya dinormalisasi. Harga d sisa ini berasal dari senyawa impuritas.
- Identifikasi dengan cara yang sama seperti di atas, untuk mengetahui jenis impuritas.

3.1 Analisis Data

Hasil identifikasi sampel aluminium dari Cina dan Jerman menggunakan metode difraksi Sinar-X adalah berupa grafik antara intensitas relatif (I/I_0) terhadap sudut difraksi 2θ (Gambar 3-1 s/d Gambar 3-4). Dengan menggunakan persamaan hukum Bragg, maka besaran sudut dapat dikonversikan ke dalam besaran jarak antarbidang Bragg, harga d aluminium impor Cina dan Jerman diberikan pada Tabel 3-1 sampai 3-4.

Tabel 3-1: HARGA d SAMPEL Al CINA

d (Å)	I/I_0 (%)
3,0058	2,5
2,8680	8,9
2,3256	100,0
2,0161	54,3
1,7861	11,8
1,4290	27,2
1,2193	27,2

Tabel 3-2: HARGA d SAMPEL Al (Slank) JERMAN

d (Å)	I/I_0 (%)
7,4698	8,60
2,3406	100,00
2,0276	74,80
1,4324	32,70
1,2225	26,80
1,1693	10,23

Tabel 3-3: HARGA d SAMPEL Al (p.a) JERMAN

d (Å)	I/I_0 (%)
2,3315	100,00
2,0260	62,10
2,0179	74,80
1,4315	43,80
1,2204	41,10

Tabel 3-4: HARGA d SAMPEL Al (m.d) JERMAN

d (Å)	I/I_0 (%)
9,9600	5,20
7,3975	17,10
4,4063	2,6
2,3242	71,2
2,0219	100,00
1,4311	93,4
1,2207	58,6
1,1680	4,3

Tabel 3-5 adalah Tabel harga jarak antarbidang Bragg (d) dan intensitas I/I_0 untuk Al yang diambil dari kartu data ASTM atau kartu Hannawalt.

Tabel 3-5: HARGA d UNTUK Al KARTU ASTM

d (Å)	I/I_0 (%)
2,3400	100
2,3380	47
2,0200	100
2,0240	47
1,4310	22
1,2210	24
1,1690	7
1,0124	2
0,9289	8
0,8266	8

Setelah itu dicocokkan antara data sampel dengan Tabel 3-5, harga d yang tidak cocok menunjukkan d dari impuritas. Jika harga d yang tidak cocok kurang dari 3 buah maka nama dari impuritas tidak dapat diidentifikasi.

3.2 Pencocokan Data d Sampel Dengan Data d Al Pada Kartu ASTM

Tabel 3-6: PENCOCOKAN HARGA d SAMPEL Al CINA

d _{sampel}	d _{ASTM}	I/I _o sampel	I/I _o ASTM
3,0058	-	2,5	-
2,8680	-	8,9	-
2,3256	2,338-	100	100
2,0161	2,0200	54,3	47
1,7861	-	11,8	-
1,4290	1,4310	27,3	22
1,2193	1,2210	27,2	24

Tabel 3-7: PENCOCOKAN HARGA d SAMPEL Al (slank) JERMAN

d _{sampel}	d _{ASTM}	I/I _o sampel	I/I _o ASTM
7,4698	-	8,6	-
2,3406	2,3380	100	100
2,0276	2,0200	74,8	47
1,4324	1,4310	32,7	22
1,2225	1,2210	26,8	24

Tabel 3-8: PENCOCOKAN HARGA d SAMPEL Al (p.a) JERMAN

d _{sampel}	d _{ASTM}	I/I _o sampel	I/I _o ASTM
2,3315	2,3380	100	100
2,0260	2,0200	62,1	47
2,0179	-	60,5	-
1,4315	1,4310	43,8	22
1,2204	1,2210	41,1	24

Tabel 3-9: PENCOCOKAN HARGA d SAMPEL Al (m.d) JERMAN

d _{sampel}	d _{ASTM}	I/I _o sampel	I/I _o ASTM
9,9600	-	5,2	-
7,3975	-	17,1	-
4,4065	-	2,6	-
2,3342	2,3380	71,2	100
2,0219	2,0200	100	54,3
1,4311	1,4310	93	22
1,2207	1,2103	58,6	24
1,1680	1,1690	4,3	7

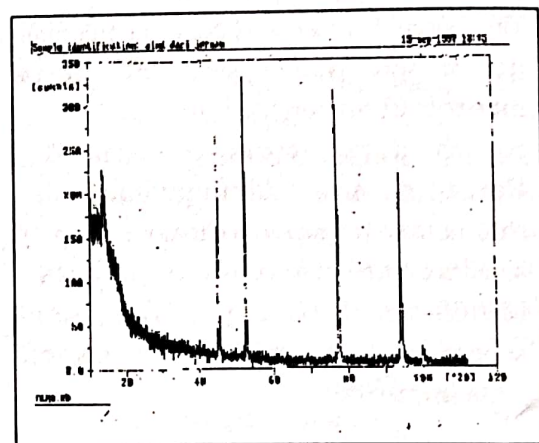
Catatan: tanda (-) menunjukkan data sampel tidak cocok dengan data kartu ASTM

4. PEMBAHASAN

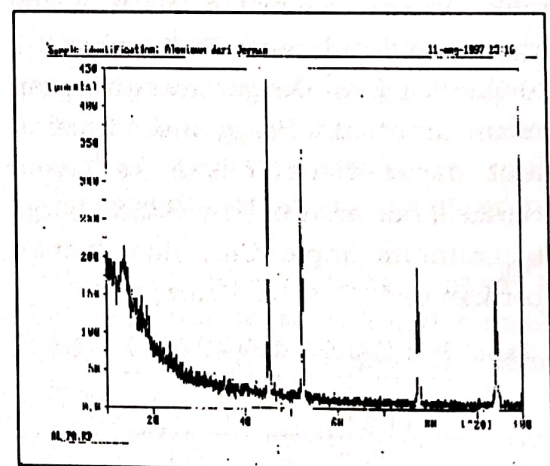
Ketidakkocokkan harga d keempat sampel Al dengan harga d pada kartu ASTM diberikan pada Tabel berikut :

Tabel 4-1: KETIDAKCOCOKAN HARGA d SAMPEL TERHADAP HARGA d KARTU ASTM

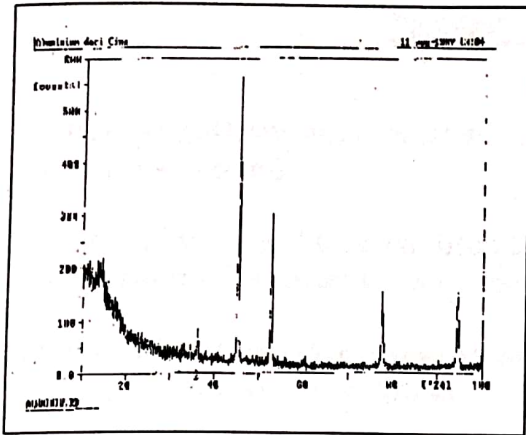
No	Sampel	Harga d yang tidak cocok
1	Al Cina	3,0058 A (I/I _o 2,5%) 2,8680 A (I/I _o 8,9%) 1,7681 A (I/I _o 1,8%)
2	Al (slank) Jerman	7,4698 A (I/I _o 2,5%)
3	Al (p.a) Jerman	2,0179 A (I/I _o 2,5%)
4	Al (m.d) Jerman	9,9600 A (I/I _o 2,5%) 7,3975 A (I/I _o 2,5%) 4,4063 A (I/I _o 2,5%)



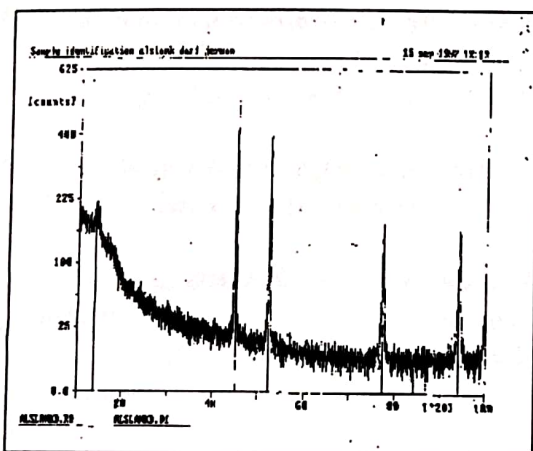
Gambar 3-1: Sampel identifikasi aluminium dari Jerman



Gambar 3-2: Sampel identifikasi aluminium (d) Jerman



Gambar 3-3: Sampel identifikasi almunium (slank) dari Jerman



Gambar 3-4: Sampel identifikasi almunium dari Cina

Adanya harga d sampel yang tidak cocok, maka dapat disimpulkan bahwa Al dari Cina dan Jerman memang mengandung impuritas. Jenis impuritas dari Al (slank) dan Al (p.a) tidak dapat ditentukan, karena ketidakcocokan harga d sampel dengan harga d pada kartu data ASTM kurang dari 3 buah harga. Sedangkan untuk Al dari Cina dan Al (m.d) Jerman memang memiliki 3 harga d yang tidak cocok, namun demikian setelah dilihat pada kartu data ASTM, ternyata tidak satupun angka tersebut cocok dengan kartu data ASTM,

sehingga impuritasnya tidak dapat ditentukan. Dari data di atas tampak bahwa impuritas dari keempat macam sampel Al impor tersebut cukup beragam.

5. KESIMPULAN

Dari uraian analisis dan pembahasan dapat disimpulkan sebagai berikut :

- Kemurnian Almunium (Al) dapat diketahui dengan metode difraksi Sinar-X dengan cara mencocokkan jarak antarbidang Bragg (d) untuk sampel terhadap harga d pada kartu data ASTM untuk almunium.
- Keempat jenis almunium impor yang diteliti ini ternyata mengandung impuritas dengan beragam jenis. Hal ini terlihat dengan harga d sampel yang tidak cocok dengan harga d pada kartu data ASTM untuk Al.
- Jenis impuritas dari keempat almunium impor tersebut tidak dapat diidentifikasi berdasarkan data pada kartu ASTM dan hasil difraksi Sinar-X.

DAFTAR RUJUKAN

- Cullity, B.D., 1959, *Elements of X-Ray Diffraction*, Addison Wesley Pub. Co. Inc., England.
- Hardness, Mohr., 1980, *McGraw-Hill Encyclopedia of Chemistry*, McGraw-Hill Ltd., New York.
- King,R.B.,1994, *Encyclopedia of Inorganic Chemistry*, Volume I, John Wiley & Sons, England.
- King, Harold P., 1974, *X-Ray Diffraction Procedures*, Edisi III, John Wiley & Sons, New York.
- Parker, Sybil P., 1989, *Concise Encyclopedia of Science and Technology*, Edisi II, McGraw-Hiu, New York.
- Schumacher, Joseph C., 1960, *Perch larates, Their Properties, Manufac-turer and Uses*, Reinhold Publishing Corp, New York.