

Analisis Data Difraksi Sinar-X SiO₂-MgO Menggunakan Perangkat Lunak Match! untuk Pemula

Analysis of SiO₂-MgO X-ray Diffraction Data Using Match! for Beginners

Wahyu Dwi Handoko*¹, Suminar Pratapa², Yuniar Alam¹, Ulfa Niswatul Khasanah¹, Nurhadi¹

¹Program Studi Fisika, Fakultas Ilmu Eksakta, Universitas Nahdlatul Ulama Blitar

²Departemen Fisika Fakultas Sains dan Analitika Institut Teknologi Sepuluh Nopember Surabaya
email: ^{1*}wahyu.fisikaunublitar@gmail.com

Abstrak

Penelitian ini bertujuan untuk memberikan panduan sederhana kepada peneliti pemula maupun mahasiswa tentang teknik analisis identifikasi fasa menggunakan perangkat lunak *Match!*. Dalam penelitian ini identifikasi fasa sampel FTLQ1000 dianalisis menggunakan *Match!* dengan teknik semi manual. Sampel uji disintesis dari bahan dasar silika kuarsa (Q-SiO₂) yang berasal dari Kabupaten Tanah Laut Kalimantan Selatan yang direaksikan dengan magnesium oksida (MgO) komersial yang kemudian disinter pada temperatur 1000°C. Pada analisis ini dibutuhkan informasi berupa database difraksi setiap fasa yang mungkin muncul yaitu dari *Crystallography Open Database (COD)* yang dianalisis menggunakan perangkat lunak *Diamond*. Setelah dilakukan analisis menggunakan *Match!* diketahui terdapat empat fasa yang teridentifikasi yaitu fasa forsterit, silika kuarsa, periklas, dan kristobalit.

Kata Kunci: COD, difraksi, forsterit, match, XRD.

Abstrack

This study aims to provide a simple guide for beginner researchers and students on phase identification analysis techniques using the Match!. In this study, the phase identification of sample FTLQ1000 was analyzed using Match! with a semi-manual technique. The test sample was synthesized from quartz (Q-SiO₂) as the base material, sourced from Tanah Laut Regency, South Kalimantan, which was reacted with commercial magnesium oxide (MgO) and then sintered at a temperature of 1000°C. For this analysis, information in the form of a diffraction database for each possible phase was required, obtained from the Crystallography Open Database (COD) and analyzed using the Diamond software. After conducting the analysis using Match!, four identified phases were found: forsterite, quartz silica, periclase, and cristobalite.

Keywords: COD, Diffraction, forsterite, Match, XRD

PENDAHULUAN

Dalam dunia sains dan rekayasa material sangat dibutuhkan teknik karakterisasi. Dalam dunia sains dan rekayasa material sangat dibutuhkan teknik karakterisasi material khususnya dalam bidang analisis difraksi sinar-x. Dengan menggunakan teknik ini maka dapat diketahui berbagai informasi diantaranya yaitu struktur kristal[1] meliputi parameter kisi dan sistem kristal, identifikasi fasa seperti komposisi fasa dan persentase fasa, serta ukuran kristalin dari fasa[2]. Penggunaan XRD pada saat ini sudah diterapkan dalam berbagai bidang mulai dari bidang material sains yaitu untuk analisis bahan keramik, bahan polimer, bahan logam dan lain sebagainya. Dalam bidang kimia XRD dimanfaatkan dalam studi senyawa koordinasi dan struktur molekuler, dalam bidang geologi xrd dapat digunakan untuk identifikasi mineral dan batuan. Bahkan, saat ini XRD dimanfaatkan dalam bidang industri dan kesehatan, contohnya di bidang farmasi dapat digunakan untuk karakterisasi obat, sedangkan dalam industri dapat digunakan sebagai *quality control* dan analisis produk manufaktur.

Dengan banyaknya manfaat dari penggunaan XRD maka sangat dibutuhkan suatu teknik analisis yang dapat mempermudah dalam proses analisis data tersebut. Sebelumnya analisis XRD dilakukan secara manual, metode analisis ini dilakukan dengan cara mencocokkan data hasil uji XRD dengan database yang sudah ada secara manual. Cara ini tergolong cukup rumit dan rawan banyak terjadi kesalahan khususnya bagi pemula. Sehingga diperlukan teknik

lain yang dapat mempermudah dalam proses analisis data difraksi, salah satunya dengan menggunakan suatu perangkat lunak khusus untuk menganalisis data difraksi. Salah satu perangkat lunak yang dapat digunakan untuk mengatasi permasalahan tersebut adalah *software Match!*.

Match! adalah perangkat lunak yang dirancang untuk analisis fasa menggunakan data difraksi (XRD). Perangkat lunak ini membandingkan pola difraksi sampel dengan database referensi untuk mengidentifikasi fasa yang ada dalam sampel[3][4]. Database referensi dapat menggunakan *Crystallography Open Database (COD)* atau *ICDD PDF*.

Analisis menggunakan perangkat lunak *Match!* dapat langsung dipraktikkan tanpa harus menguasai matematika kristalografi tingkat lanjut terlebih dahulu. Penelitian ini dimaksudkan untuk memberikan panduan sederhana kepada peneliti pemula maupun mahasiswa tentang teknik analisis identifikasi fasa menggunakan perangkat lunak *Match!*. Sampel yang digunakan dalam proses analisis ini adalah sampel forsterit (Mg_2SiO_4) yang disintesis dari bahan silika alam dan manganesia[5]

METODE PENELITIAN

Pembuatan Sampel Analisis

Pasir silika yang berasal dari Tanah Laut Kalimantan diekstraksi untuk mendapatkan serbuk silika (SiO_2) kuarsa [6] [7]. Kemudian serbuk ini direaksikan dengan magnesium oksida (MgO) dengan komposisi tertentu. Proses sintesis forsterit ini mengikuti penelitian yang dilakukan oleh Pratapa dkk (2017)[5] dengan menggunakan temperatur sinter 1000°C . Sampel yang telah disinter selanjutnya dikarakterisasi menggunakan uji difraksi sinar-x menggunakan radiasi $\text{CuK}\alpha$.

Persiapan Analisis *Match!*

- Perangkat lunak yang digunakan adalah *Match!* yang dapat diunduh melalui www.crystalimpact.com, yang disesuaikan dengan spesifikasi PC yang digunakan.
- Dipersiapkan data hasil uji difraksi sinar-x dengan format ekstensi *.rd, *.sd, *.cpi, *.xy atau *.dat.
- Buka aplikasi *Match!* kemudian unggah data hasil uji XRD sesuai dengan ekstensi yang digunakan dengan menggunakan menu *File-Open* atau *CTRL+O*.
- Pola-pola difraksi yang muncul selanjutnya dilakukan *Peak-Search* secara semi manual pada setiap puncak yang muncul dengan cara diletakkan kursor pada bagian tertinggi dari puncak pola difraksi dan ditekan tombol CTRL sehingga muncul tanda plus (+) kemudian disertai dengan klik kanan.
- Dilakukan *Search-Match* dengan cara klik menu *Run Phase Identification (Search Match)* pada *Toolbars*.
- Dianalisis fasa yang muncul.

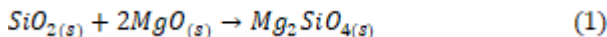
HASIL DAN PEMBAHASAN

Penelitian ini menggunakan bahan dasar berupa pasir silika kuarsa yang didapatkan dari Tanah Laut Kalimantan dan serbuk magnesium oksida (MgO) komersial, seperti ditunjukkan pada gambar 1.

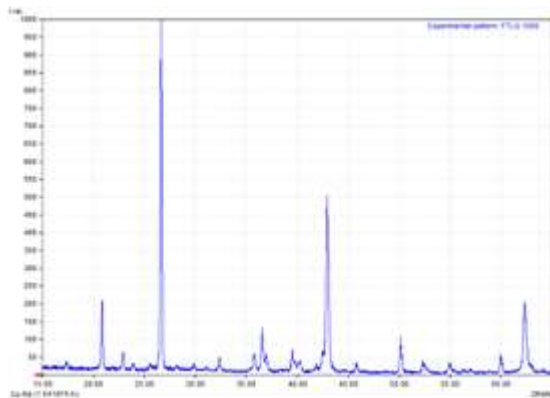


Gambar 1. Serbuk silika kuarsa hasil pemurnian

Serbuk-serbuk tersebut kemudian disinter pada temperatur 1000°C. Proses ini bertujuan agar terjadi reaksi antara silika dan magnesia membentuk forsterit (Mg_2SiO_4) [8], mengikuti persamaan 1 berikut ini.

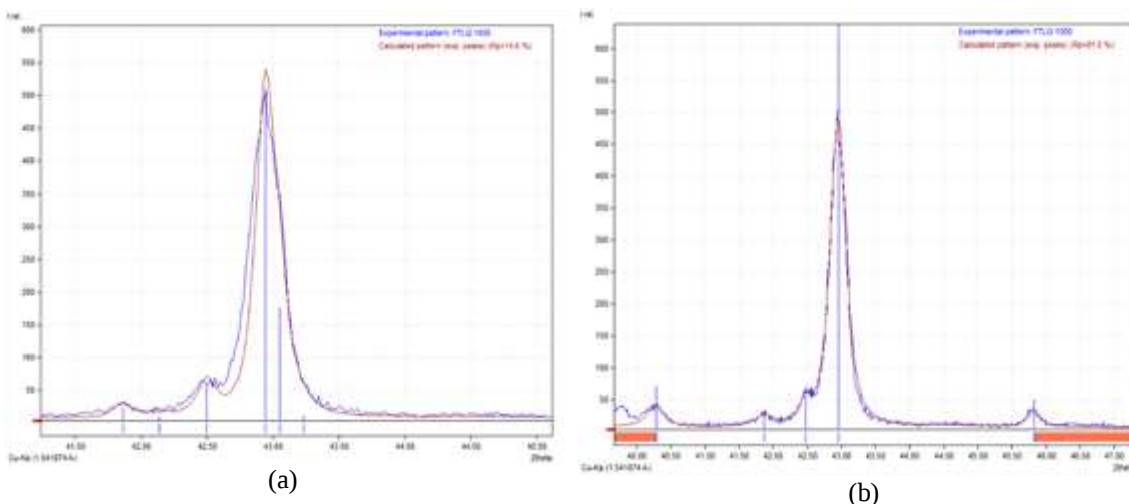


Serbuk forsterit selanjutnya di uji menggunakan XRD. Pada penelitian ini uji XRD dilaksanakan di Departemen Teknik Material dan Metalurgi ITS dan didapatkan hasil uji dengan format ekstensi *.rd. Hasil uji dianalisis menggunakan perangkat lunak *Match!*, sehingga dapat terlihat pola-pola difraksi yang ditunjukkan pada gambar 2.



Gambar 2. Pola-pola difraksi sinar-x sampel FTLQ1000 yang ditunjukkan *software Match!*.

Kemudian dilakukan *Peak-Search* untuk menentukan puncak-puncak yang ingin dianalisis. Pada proses ini dapat dilakukan menggunakan dua cara yaitu secara otomatis dan semi manual. Pada penelitian ini digunakan cara semi manual, hal ini dikarenakan dengan menggunakan cara ini dapat menentukan puncak-puncak pola difraksi secara akurat yang ingin dianalisis, sedangkan jika menggunakan cara otomatis yaitu hanya dengan melakukan klik *CTRL+A* maka hampir seluruh bagian disekitar puncak akan ditandai oleh *Match!* sebagai puncak yang akan dianalisis, seperti ditunjukkan Gambar 3 (a). Sehingga dengan cara otomatis mengakibatkan satu puncak (di sudut 2θ tertentu) dianggap memiliki lebih dari satu puncak.



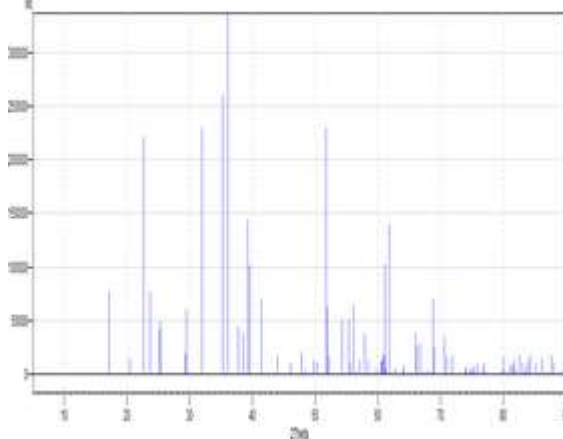
Gambar 3. Pattern hasil *Peak-Search* pada sudut 2θ 43° (a) Otomatis, (b) Semi Manual.

Puncak-puncak pola difraksi berwarna biru yang ditunjukkan Gambar 2 dan Gambar 3 merupakan pola yang dihasilkan dari proses pengukuran uji XRD (*Experimental Pattern*) atau disebut juga data terukur. Sedangkan puncak-puncak yang berwarna merah pada Gambar 3 merupakan hasil dari *Peak-Search* oleh *Match!* (*Calculated Pattern*) atau disebut juga data terhitung. Prinsip dari penggunaan

Match! adalah pencocokan antara data terukur dengan data terhitung. Data terhitung dapat berupa data dari *Crystallography Open Database (COD)* atau bisa juga dari *International Centre for Diffraction Data PDF (ICDD PDF)*. Setelah menentukan puncak-puncak yang akan dianalisis maka dapat dilakukan *Search-Match*.

Dalam menentukan jenis fasa yang akan dipilih maka perlu diketahui terlebih dahulu kemungkinan senyawa maupun jenis fasa yang akan muncul berdasarkan reaksi pada Persamaan 1. Selain itu, diperlukan pemahaman terkait letak puncak-puncak 2θ pada masing-masing senyawa maupun fasa yang akan muncul. Untuk mengetahui hal tersebut digunakan perangkat lunak *Diamond* untuk memperkirakan posisi 2θ dan intensitas puncak difraksi dengan data referensi pembanding berupa data berekstensi *.CIF* yang didapatkan dari www.crystallography.net. Perangkat lunak *Diamond* dapat membaca format data *.cif* sehingga dapat diketahui data-data difraksi diantaranya yaitu posisi 2θ , intensitas puncak, parameter kisi, dan dapat memvisualisasi struktur kristal dalam 3D.

Dari analisis menggunakan *Diamond* diketahui bahwa secara referensi COD 9000322 puncak pertama forsterit muncul pertama kali pada sudut 2θ $17,1^\circ$, sedangkan puncak tertinggi fasa ini muncul pada sudut $36,0^\circ$ seperti ditampilkan pada Gambar 4.



Gambar 4. Data CIF fasa forsterit dengan nomor 9000322 yang ditampilkan oleh *software Diamond*.

Pada penelitian ini diketahui dari Gambar 2 bahwa hasil uji difraksi sinar-x untuk sampel FTLQ 1000 memiliki puncak tertinggi pada sudut 2θ $26,6^\circ$ dan puncak pertama terdeteksi pada sudut $17,4^\circ$. Secara lengkap data sudut 2θ referensi puncak pertama dan puncak tertinggi untuk setiap fasa yang mungkin muncul dari reaksi sesuai Persamaan 1 ditampilkan pada Tabel 1.

Setelah mengetahui data referensi sudut 2θ , maka analisis *Search-Match* dilanjutkan dengan menentukan jenis fasa yang sesuai pada bagian *Candidate Phases*. Dalam penentuan kandidat fasa yang dipilih, dipertimbangkan juga tentang parameter yang lain yaitu nilai *Figure of Merit (FoM)*, *I/Ic* (rasio intensitas difraksi dibanding intensitas difraksi referensi, *corundum*), dan kesesuaian formula dari senyawa. Pada Gambar 5 terdapat garis-garis tegak lurus dengan berbagai warna, yang mana setiap warna mewakili jenis fasa yang berbeda. Data hasil analisis fasa pada sampel FTLQ 1000 menggunakan perangkat lunak *Match!* disajikan pada Tabel 2.

Tabel 1. Data sudut 2θ referensi puncak pertama dan puncak tertinggi untuk setiap fasa.

Jenis Fasa (No COD)	Sudut 2θ	
	Puncak Pertama	Puncak Tertinggi
Forsterit/ Mg_2SiO_4 (9000322)	17,11	36,09
Kuarsa/ SiO_2 (1011159)	20,87	26,66
Periclas/ MgO (1011116)	36,89	42,86
Kristobalit/ SiO_2 (1010938)	22,01	22,01
Enstatit/ MgSiO_3 (XXX)	9,70	28,27

Tabel 2. Data hasil analisis fasa pada sampel FTLQ 1000 menggunakan perangkat lunak *Match!*

Jenis Fasa	No Entry	Quantity (%)
Forsterit	96-901-5659	17,6
Kuarsa	96-101-1098	42,3
Periklas	96-900-6748	39,6
Kristobalit	96-900-1579	0,4

**Gambar 5.** Tampilan pola-pola difraksi sinar-x sampel FTLQ 1000 setelah dilakukan *Search-Match*

Terdapat empat jenis fasa yang teridentifikasi dari sampel FTLQ 1000 yaitu forsterit (Mg_2SiO_4), Kuarsa (SiO_2), periklas (MgO), dan kristobalit (SiO_2). Pembentukan forsterit dari silika kuarsa dan magnesita sintetik yang disinter pada temperatur 1000°C telah berhasil dilakukan, hal ini ditandai dari terbentuknya forsterit pada sampel tersebut dengan kuantitas 17,6%. Pada analisis terhadap sampel FTLQ 1000 masih teridentifikasi fasa kuarsa (42,3%) dan periklas (39,6%), penyebabnya adalah belum terjadinya reaksi yang sempurna antara senyawa SiO_2 kuarsa dan magnesium oksida (MgO) [9]. Salah satu penyebabnya adalah kurang tingginya temperatur sinter yang digunakan, karena forsterit terbentuk maksimum pada temperatur 1200°C [5] dan 1300°C [10]. Munculnya kristobalit pada sampel ini dikarenakan silika kuarsa yang belum bereaksi dengan periklas bertransformasi menjadi kristobalit yang disebabkan oleh adanya temperatur tinggi 1000°C . Menurut penelitian Khairanissa (2017), silika kristobalit muncul dari kuarsa yang bertransformasi pada temperatur 950°C [7].

Pada penggunaan perangkat lunak *Match!* memang dapat memberikan luaran berupa persentase kuantitas setiap fasa yang muncul, namun persentase ini tidak mewakili persentase berat maupun molar yang sebenarnya. Untuk menentukan persentase berat maupun molar perlu dilakukan perhitungan khusus menggunakan data-data luaran dari analisis *Match!* ini. Selain itu, penentuan persentase ini juga bisa menggunakan perangkat lunak khusus yang menggunakan input data hasil uji XRD, salah satunya menggunakan *software Rietica*. Dengan adanya keterbatasan ini, maka perangkat lunak *Match!* lebih cocok digunakan sebagai analisis secara kualitatif dan semi kuantitatif. Namun, *Match!* memiliki keunggulan tersendiri, khususnya bagi pemula yaitu mudah digunakan, database referensi luas karena *Match!* terintegrasi dengan COD dan ICDD PDF, identifikasi fasa kristal yang tergolong cepat, dan dapat digunakan beragam format ekstensi XRD.

KESIMPULAN

- Dari penelitian ini sudah dijelaskan tentang cara penggunaan perangkat lunak *Match!* untuk menganalisis data difraksi sinar-x khususnya untuk identifikasi jenis fasa yang

- terbentuk dari sampel FTLQ 1000.
- Fasa yang terbentuk dari sampel FTLQ 1000 adalah fasa forsterit, kuarsa, periklas, dan kristobalit.
 - Prinsip yang digunakan dalam analisis menggunakan Match! adalah pencocokan antara data terukur (hasil uji XRD sampel) dengan data terhitung (referensi dari COD maupun ICDD PDF).
 - Untuk mendapatkan hasil terbaik tetap membutuhkan bantuan peneliti dalam proses analisisnya khususnya pada saat proses Peak Search.
 - Software Match! lebih cocok digunakan sebagai analisis secara kualitatif dan semi kuantitatif.

DAFTAR PUSTAKA

- [1] L. Hakim, M. Dirgantara, And M. Nawir, "Karakterisasi Struktur Material Pasir Bongkahan Galian Golongan C Dengan Menggunakan X-Ray Diffraction (X-Rd) Di Kota Palangkaraya," *Jjms*, Vol. 1, No. 1, Pp. 44–51, Sep. 2019, Doi: 10.36873/Jjms.V1i1.136.
- [2] A. Firdausi, Sifat Listrik Partikel Life1-Xcuxpo4 Dengan Batu Besi Sebagai Sumber Fe. 2020.
- [3] J. Agus, "Kajian Struktur Kristal Dan Komposisi Atom Bahan," Vol. 1, 2021.
- [4] N. A. Imamah And F. U. Ermawati, "Analisis Struktur Dan Komposisi Fasa Serta Distribusi Ukuran Partikel Serbuk Zntio3 Hasil Preparasi Dengan Metode Pencampuran Larutan".
- [5] S. Pratapa, W. D. Handoko, U. Nurbaiti, And Mashuri, "Synthesis And Characterization Of High-Density B 2 O 3 -Added Forsterite Ceramics," *Ceramics International*, Vol. 43, No. 9, Pp. 7172–7176, Jun. 2017, Doi: 10.1016/J.Ceramint.2017.03.002.
- [6] N. A. Fauziah, A. R. Hilmi, T. A. Fadly, M. Z. Asrori, M. Mashuri, And S. Pratapa, "Dynamic Tensile And Shear Storage Moduli Of Peg/Silica-Polymorph Composites," *J Of Applied Polymer Sci*, Vol. 136, No. 17, P. 47372, May 2019, Doi: 10.1002/App.47372.
- [7] K. Muchlis, N. A. Fauziah, S. Soontaranon, W. Limpirat, And S. Pratapa, "Synchrotron Waxes And Xanes Studies Of Silica (Sio2) Powders Synthesized From Indonesian Natural Sands," *J. Phys.: Conf. Ser.*, Vol. 795, P. 012007, Jan. 2017, Doi: 10.1088/1742-6596/795/1/012007.
- [8] U. Nurbaiti, Darminto, Triwikantoro, M. Zainuri, And S. Pratapa, "Synthesis And Characterization Of Silica Sand-Derived Nano-Forsterite Ceramics," *Ceramics International*, Vol. 44, No. 5, Pp. 5543–5549, Apr. 2018, Doi: 10.1016/J.Ceramint.2017.12.198.
- [9] "15596-Id-Analisis-Komposisi-Fasa-Keramik-Forsterit-Dari-Bahan-Dasar-Periklas-Dan-Kristoba."
- [10] S. Sembiring, A. Riyanto, L. Rumiyantri, Z. Sembiring, And R. Situmeang, "Effect Of Sintering Temperature On The Structural And Physical Properties Of Forsterite Using Amorphous Rice Husk Silica As Refractory Precursors," *J Aust Ceram Soc*, Vol. 56, No. 2, Pp. 433–440, Jun. 2020, Doi: 10.1007/S41779-019-00346-2.