

ANALISIS PELEBARAN PUNCAK DIFRAKSI SINAR-X PADA PASIR BESI TITAN YOGYAKARTA: UKURAN KRISTALIT, REGANGAN KISI DAN PROBABILITAS MINERAL

Analysis of X-ray Diffraction Line Broadening for Yogyakarta Titaniferous Iron Sand: Crystallite Size, Lattice Strain and Mineral Probability

IBRAHIM PURAWIARDI

Pusat Penelitian Metalurgi dan Material, Lembaga Ilmu Pengetahuan Indonesia (LIPI),
Kawasan Pusat Penelitian Ilmu Pengetahuan dan Teknologi (PUSPIPTEK) Gd. 470,
Tangerang Selatan 15314, Banten
e-mail : ibrahimpurawiardi@gmail.com

ABSTRAK

Pasir besi titan Yogyakarta mengandung berbagai jenis mineral baik berupa mineral bijih (mengandung Fe dan Ti) maupun mineral non-bijih (tidak mengandung Fe dan Ti). Mineral-mineral tersebut dapat diidentifikasi menggunakan difraksi sinar-x (XRD). Namun, karakterisasi XRD memiliki kesulitan tersendiri dalam analisis mineral karena selalu muncul ambiguitas fasa mineral dalam satu puncak difraksi yang sama. Hal ini dapat menimbulkan ketidakpastian dalam identifikasi mineral pada pasir besi titan. Untuk menghindari hal tersebut, diperlukan suatu metode analisis XRD yang lebih khusus. Tujuan studi ini adalah memperkenalkan metode tersebut yaitu metode analisis pelebaran puncak difraksi Williamson-Hall. Percontoh yang digunakan pada studi ini adalah serbuk pasir besi titan Yogyakarta. Percontoh tersebut dikarakterisasi dengan difraktometer sinar-x (XRD) untuk dianalisis pelebaran puncak difraksinya berdasarkan nilai lebar setengah puncak difraksi (FWHM). Hasil analisis pelebaran puncak ini digunakan untuk menentukan regangan kisi, ukuran kristalit dan probabilitas mineralnya. Dari hasil analisis pelebaran puncak difraksi menunjukkan terdapat empat variasi regangan kisi yaitu 0,0061; 0,0045; 0,0006; dan 0,006 serta tiga variasi ukuran kristalit yaitu 2703, 568, dan 124 nm. Dari keempat variasi regangan kisi dan tiga variasi ukuran kristalit tersebut, didapatkan dua probabilitas mineral bijih (magnetit dan ilmenit) serta tiga probabilitas mineral non-bijih (nefelin, lueneburgit dan albit tingkat tinggi).

Kata kunci: pasir besi titan, pelebaran puncak difraksi, regangan kisi, ukuran kristalit, probabilitas mineral.

ABSTRACT

A titaniferous iron sand from Yogyakarta consists of some ores (Fe, Ti-containing minerals) and non-ore minerals (non Fe and Ti). The minerals can be identified by x-ray diffraction (XRD). However, a mineral phase ambiguity on a diffraction peak always happen. This problem can make an uncertainty in its mineral identification. For solving the problem, a special XRD analytical method is needed. The aim of this study is presenting this method by means of x-ray line broadening analysis using Williamson-Hall method. A titaniferous iron sand powder from Yogyakarta was used as a sample of this study. This sample then was characterized by x-ray diffractometer (XRD) to analyze its line broadening based on full width at the half maximum (FWHM) value. The analysis results then were used for determining lattice strain, crystallite size and mineral probabilities. The line broadening analysis results showed

that there were four variations of lattice strains (0.0061, 0.0045, 0.0006, and 0.006) and three variations of crystallite sizes (2703 nm, 568 nm, and 124 nm). From these variations, two variations of ore minerals (magnetite and ilmenite) and three variations of non-ore minerals (nepheline, lueneburgite, and high albite) were determined.

Keywords: titaniferous iron sand, line broadening, lattice strain, crystallite size, mineral probabilities.

PENDAHULUAN

Pasir besi titan daerah selatan Yogyakarta diduga merupakan salah satu sumber mineral magnetit (Fe_3O_4) dan ilmenit (FeTiO_3) yang potensial di Indonesia (Purawiardi, Purawiardi dan Firdiyono, 2020). Untuk memastikan mineral-mineral apa saja yang terkandung di dalamnya, pengujian komposisinya perlu dilakukan dengan berbagai alat karakterisasi material. Namun, karena adanya perbedaan limitasi dalam identifikasinya, terdapat perbedaan mineral yang dapat dideteksi dan yang tidak dapat dideteksi pada masing-masing alat karakterisasi material. Oleh sebab itu, untuk mengidentifikasi kandungan mineral-mineral di dalam pasir besi titan Yogyakarta tidak mungkin hanya dilakukan oleh satu alat karakterisasi saja. Sehingga, identifikasi dari berbagai alat karakterisasi material terhadap percontohan pasir besi titan dari Yogyakarta ini dapat digabungkan untuk interpretasi mineral secara keseluruhan.

Studi sebelumnya (Purawiardi, Purawiardi dan Firdiyono, 2020) telah melakukan analisis probabilitas kandungan mineral pada pasir besi titan Yogyakarta menggunakan alat *portable x-ray fluorescence* (pXRF). Dari analisis pXRF tersebut, terdeteksi tiga mineral bijih yaitu magnetit, ilmenit, dan hematit; serta lima mineral non-bijih yaitu hipersten, augit, kuarsa, biotit dan albit. Pada studi kali ini, analisis probabilitas mineral dilakukan menggunakan alat karakterisasi difraktometer sinar-x (XRD). Probabilitas mineral ditentukan berdasarkan fasa yang teridentifikasi. Namun, terdapat kesulitan tersendiri dalam mengidentifikasi fasa mineral menggunakan XRD, yaitu banyaknya kemungkinan ambiguitas fasa dalam satu puncak difraksi karena keidentikan nilai jarak antar bidang sejenis (d) antara berbagai kemungkinan fasa (Kumar, 2017). Untuk mengurangi masalah ambiguitas fasa tersebut, pada studi ini pemilahan fasa dilakukan terlebih dahulu menggunakan analisis karakteristik regangan kisi dan ukuran kristalit. Kedua analisis tersebut dapat dilakukan dengan mudah menggunakan

analisis pelebaran puncak difraksi sinar-x dengan teknik plot Williamson-Hall.

Kelebihan teknik plot Williamson-Hall adalah dapat mendeteksi kelompok puncak difraksi yang memiliki kesamaan nilai regangan kisi dan ukuran kristalit. Kesamaan nilai dua parameter ini adalah indikator dari probabilitas fasa mineral yang sama. Kekurangan metode plot Williamson-Hall adalah tidak dapat dilakukan pada seluruh puncak difraksi yang terdeteksi, namun hanya terbatas pada puncak-puncak difraksi yang mengalami pelebaran puncak akibat efek regangan kisi dan perbedaan ukuran kristalit saja.

Plot Williamson-Hall

Plot Williamson-Hall merupakan teknik yang saat ini paling banyak digunakan untuk menganalisis pelebaran puncak difraksi sinar-x (Kulkarni dan Mathad, 2018; Pushkarev, Grekhov dan Zenchenko, 2018; Aarif UI Islam dan Ikram, 2019; Erdoğan, 2019; Kafashan, 2019; Madhavi, 2019; Norouzzadeh *dkk.*, 2020; Dey dan Das, 2021). Prinsipnya adalah pelebaran puncak difraksi sinar-x merupakan gabungan antara efek ukuran kristalit dan efek regangan kisi.

Pelebaran puncak difraksi sinar-x akibat dari efek ukuran kristalit sendiri dirumuskan dalam sebuah hubungan persamaan Scherrer (Kafashan, 2019) berikut:

$$B_c = \frac{k\lambda}{L \cos \theta} \dots\dots\dots (1)$$

dengan B_c adalah pelebaran puncak difraksi akibat efek ukuran kristalit (radian), k adalah konstanta, λ adalah panjang gelombang *incident beam* sinar-x (nm), L adalah ukuran kristalit (nm) dan θ adalah sudut difraksi dalam derajat.

Sedangkan pelebaran puncak difraksi sinar-x akibat efek regangan kisi (B_s , dalam radian) dirumuskan dalam sebuah persamaan (Kafashan, 2019) berikut:

$$B_S = 4\epsilon \tan\theta \dots\dots\dots (2)$$

dengan ϵ adalah regangan kisi.

Jika digabungkan antara B_C dan B_S akan didapatkan nilai pelebaran puncak difraksi sinar-x secara keseluruhan (B , dalam radian) yang dapat dirumuskan menjadi,

$$B = B_C + B_S \dots\dots\dots (3)$$

$$B = \frac{k\lambda}{L \cos \theta} + 4\epsilon \tan\theta \dots\dots\dots (4)$$

$$B \cos\theta = \frac{k\lambda}{L} + 4\epsilon \sin\theta \dots\dots\dots (5)$$

Persamaan (5) yang merupakan persamaan hasil penyederhanaan akhir dapat dianggap sebagai persamaan linier $y = ax + b$ dengan y adalah $B \cos \theta$, x adalah $\sin \theta$, a adalah 4ϵ , serta b adalah $(k\lambda/L)$. Agar analisis lebih mudah dilakukan, plot Williamson-Hall dapat dibuat dengan absis (sumbu-x) adalah $\sin \theta$ dan ordinat (sumbu-y) adalah $B \cos \theta$, sehingga dengan plot Williamson-Hall ini, nilai regangan kisi (ϵ) dapat diperoleh dari gradien persamaan garis regresi liniernya dibagi 4 (empat), dan ukuran kristalit (L) dapat diperoleh dari nilai $(k\lambda/L)$ yang merupakan nilai titik potong pada ordinat.

Di dalam perhitungannya, pelebaran puncak difraksi (B) dihitung dari besarnya nilai lebar setengah puncak difraksi (FWHM) dalam satuan $^\circ 2\theta$. Satuan $^\circ 2\theta$ ini kemudian dikonversi menjadi satuan radian (rad). Ilustrasi FWHM

sendiri dapat dilihat pada Gambar 1, dengan nilai yang diukur dari lebar puncak difraksi pada posisi setengah ketinggiannya.

Hal yang perlu diperhatikan dalam analisis ini adalah nilai regangan kisi dan ukuran kristalit yang diperoleh bukanlah nilai yang mutlak, namun berupa nilai relatif untuk dibandingkan satu sama lain.

METODE

Percontoh merupakan serbuk pasir besi titan yang diperoleh dari daerah selatan Yogyakarta sebanyak 3 gram. Percontoh tersebut digerus hingga halus (-200 mesh) menggunakan mortar agate.

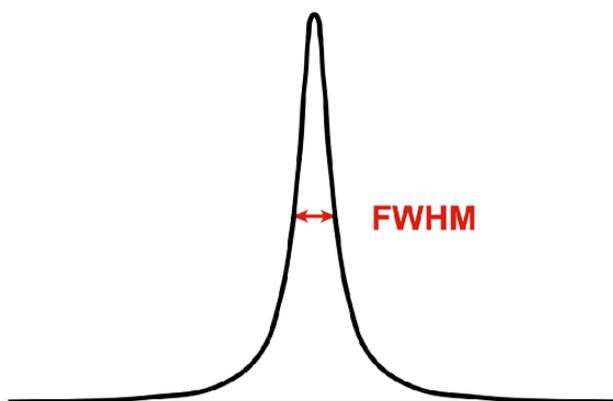
Percontoh selanjutnya dikarakterisasi menggunakan difraktometer sinar-x (XRD) merek *Malvern PANalytical* tipe *Aeris* (Cu-K α , $\lambda = 1,5406 \text{ \AA}$) menggunakan rentang sudut 2θ mulai dari 5° hingga 85° . Kalkulasi data difraksi kemudian dilakukan menggunakan perangkat lunak *Highscore Plus* (HSP).

Hasil kalkulasi kemudian digunakan untuk menganalisis pelebaran puncak difraksinya menggunakan metode plot Williamson-Hall. Selanjutnya, hasil analisis plot Williamson-Hall yang berupa regangan kisi dan ukuran kristalit dijadikan dasar dalam menentukan probabilitas mineralnya.

Tabel 1. Data difraksi percontoh yang merupakan hasil kalkulasi menggunakan perangkat lunak HSP

$\lambda = 1,5406 \text{ \AA}$ (Cu-K α)				
No. Puncak	2θ ($^\circ$)	d (\AA)	FWHM ($^\circ 2\theta$)	I/I_0 (%)
1	10,4450	8,4626	0,0649	22,96
2	13,5966	6,5073	0,2598	5,70
3	18,2121	4,8672	0,1732	8,78
4	18,8466	4,7048	0,1299	6,55
5	19,8249	4,4748	0,1299	8,45
6	21,8860	4,0578	0,0866	27,36
7	22,7334	3,9084	0,2598	6,04
8	23,5794	3,7701	0,0866	36,67
9	24,3751	3,6488	0,2165	10,60
10	26,4562	3,3663	0,2598	5,51
11	27,5149	3,2391	0,0649	70,91
12	27,6837	3,2197	0,0866	77,64
13	27,9423	3,1905	0,1082	100,00
14	28,4335	3,1365	0,0866	18,75
15	29,7453	3,0011	0,1299	47,77
16	30,0032	2,9759	0,0866	30,66
17	30,2411	2,9530	0,0866	50,50

$\lambda = 1,5406 \text{ \AA} \text{ (Cu-K}\alpha\text{)}$				
No. Puncak	2θ (°)	d (Å)	FWHM (° 2θ)	I/I_0 (%)
18	30,7388	2,9063	0,0866	22,43
19	31,7528	2,8158	0,0649	11,25
20	32,9122	2,7192	0,3464	5,41
21	34,8761	2,5705	0,1299	12,35
22	35,3386	2,5379	0,1082	45,13
23	35,6426	2,5169	0,0649	33,98
24	37,0696	2,4232	0,5196	4,89
25	39,1434	2,2995	0,0649	11,48
26	41,8698	2,1558	0,1299	9,21
27	42,9656	2,1034	0,1732	14,73
28	44,2930	2,0434	0,1299	7,66
29	45,2703	2,0015	0,5196	4,56
30	49,6060	1,8362	0,5196	3,80
31	52,0867	1,7545	0,0792	47,96
32	52,2322	1,7499	0,0792	28,05
33	53,3311	1,7164	0,3168	5,54
34	56,8650	1,6179	0,7392	13,99
35	59,5704	1,5507	0,1056	14,90
36	61,9949	1,4957	0,0792	22,28
37	62,3212	1,4887	0,0792	38,36
38	64,0498	1,4526	0,6336	3,96
39	73,9504	1,2807	0,6336	4,05



Gambar 1. Ilustrasi posisi lebar setengah puncak difraksi sinar-x (FWHM).

HASIL DAN PEMBAHASAN

Hasil kalkulasi XRD menggunakan perangkat lunak HSP dapat dilihat pada Tabel 1. Pada tabel tersebut terdapat nilai-nilai λ , nomor puncak, 2θ , d , FWHM dan I/I_0 ; dengan λ merupakan besar panjang gelombang *incident beam* yang digunakan, nomor puncak merupakan urutan puncak difraksi, 2θ merupakan sudut Bragg (sudut difraksi) yang terbentuk, d adalah jarak antar bidang, FWHM adalah lebar setengah puncak (Gambar 1), dan I/I_0 adalah tinggi puncak difraksi yang berupa nilai intensitas relatif (dengan nilai tertinggi dianggap sebagai 100).

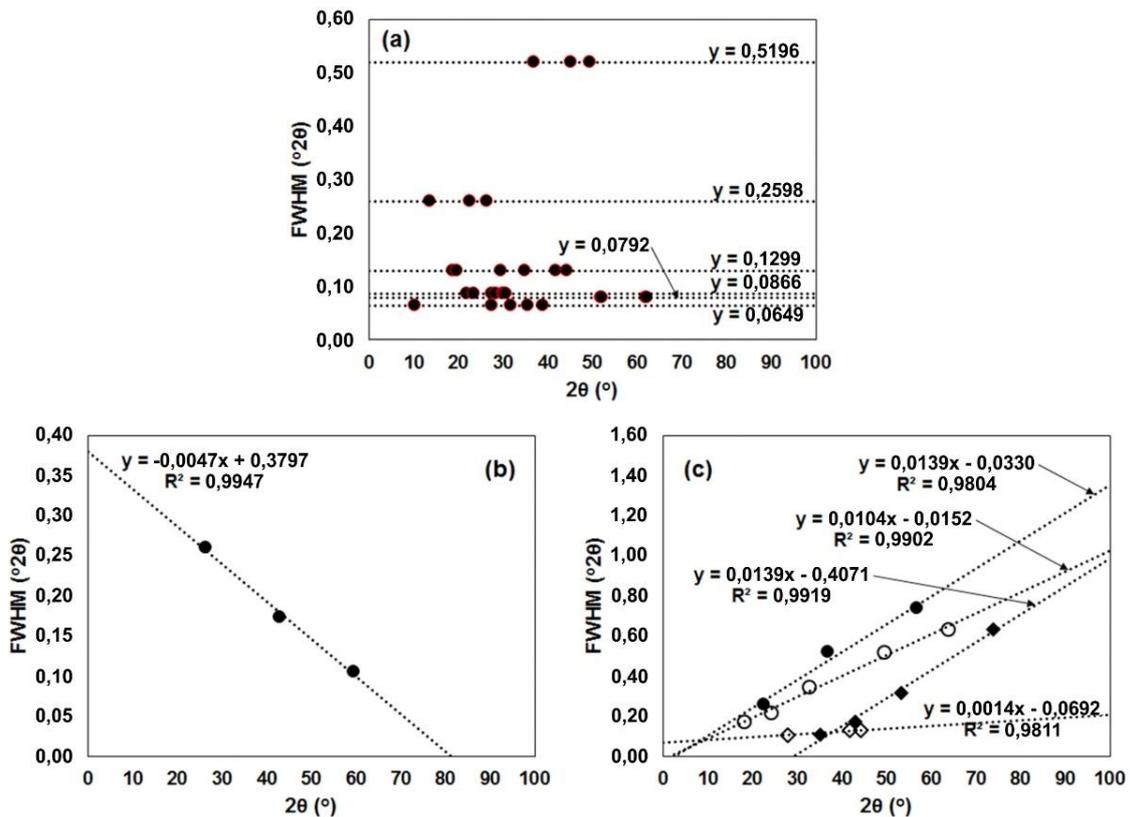
Untuk menganalisis pelebaran puncak difraksi, parameter penting yang digunakan adalah 2θ dan FWHM (Suryanarayana dan Norton, 1998; Pratapa dan O'Connor, 2002). Selanjutnya, nilai-nilai 2θ dan FWHM ini digunakan untuk membuat plot FWHM vs 2θ seperti yang ditunjukkan pada Gambar 2.

Plot FWHM vs 2θ pada Gambar 2 digunakan untuk memilah dan mengeliminasi puncak-puncak difraksi yang terdapat pengaruh regangan kisi dan ukuran kristalit dalam pelebaran puncak difraksinya. Identifikasi kemudian dilakukan dengan analisis garis regresi liniernya. Di dalam membuat garis

regresi linier, terdapat kriteria yang penting, yaitu R^2 . Nilai R^2 ini menunjukkan korelasi antara absis dan ordinat. Idealnya, korelasi absis dan ordinat yang baik adalah $R^2 = 1$ yang menunjukkan bahwa variabel ordinat merupakan 100% fungsi variabel absis. Namun, jarang ditemukan kondisi ideal tersebut, sehingga kisaran $0.9 < R^2 < 1$ sudah dapat diterima untuk pembentukkan satu garis regresi linier dengan korelasi ordinat dan absis yang valid ($> 90\%$). Pada Gambar 2.a, garis-garis regresi linier yang terbentuk memiliki karakteristik tanpa gradien (gradien nol). Pada Gambar 2.b, garis regresi linier yang terbentuk memiliki karakteristik gradien bernilai negatif. Sedangkan pada Gambar 2.c, garis-garis regresi linier yang terbentuk memiliki gradien yang bernilai positif. Berdasarkan literatur (Suryanarayana dan Norton, 1998), efek regangan kisi dan ukuran kristalit akan menyebabkan terbentuknya pola garis linier

dengan gradien positif dari rentang sudut 2θ pada $0^\circ - 100^\circ$. Dengan demikian, hanya plot-plot puncak difraksi pada Gambar 2.c saja yang memiliki pengaruh regangan kisi dan ukuran kristalit, sehingga dapat dilanjutkan pada analisis plot Williamson-Hall. Sementara itu, plot-plot puncak difraksi pada Gambar 2.a dan Gambar 2.b tereliminasi.

Pada Gambar 2.c tersebut, terdapat empat garis regresi linier yang terbentuk. Masing-masing garis regresi linier memiliki persamaan garis regresi linier dan nilai R^2 . Untuk memudahkan analisis dengan metode plot Williamson-Hall, keempat garis tersebut dikelompokkan menjadi Kelompok A, B, C dan D dengan kriteria persamaan garis regresi linier dan R^2 berdasarkan hasil plot pada Gambar 2.c. Pengelompokan ini kemudian dirangkum pada Tabel 2.



Gambar 2. Garis-garis regresi linier yang terbentuk berdasarkan plot FWHM vs 2θ . (a) Gradien bernilai nol. (b) Gradien bernilai negatif. (c) Gradien bernilai positif.

Tabel 2. Pengelompokan berdasarkan empat garis regresi linier yang terbentuk pada Gambar 2.c

Kelompok	Persamaan Garis Regresi Linier	R^2
A	$y = 0,0139x - 0,0330$	0,9804
B	$y = 0,0104x - 0,0152$	0,9902
C	$y = 0,0014x + 0,0692$	0,9811
D	$y = 0,0139x - 0,4071$	0,9919

Puncak-puncak difraksi yang berkontribusi dalam pembentukan garis regresi linier pada Kelompok A, B, C dan D kemudian diplotkan kembali dalam bentuk plot Williamson-Hall. Hasil plot Williamson-Hall pada keempat kelompok ini dapat dilihat pada Gambar 3. Dari plot Williamson-Hall akan dihasilkan kembali pola garis regresi linier dengan persamaan $y = ax + b$. Nilai a menunjukkan nilai 4ϵ (Kulkarni dan Mathad, 2018; Pushkarev, Grekhov dan Zenchenko, 2018; Aarif Ul Islam dan Ikram, 2019; Erdoğan, 2019; Kafashan, 2019; Madhavi, 2019; Norouzzadeh *dkk.*, 2020; Dey dan Das, 2021), sedangkan nilai b menunjukkan nilai $k\lambda/L$ (Suryanarayana dan Norton, 1998).

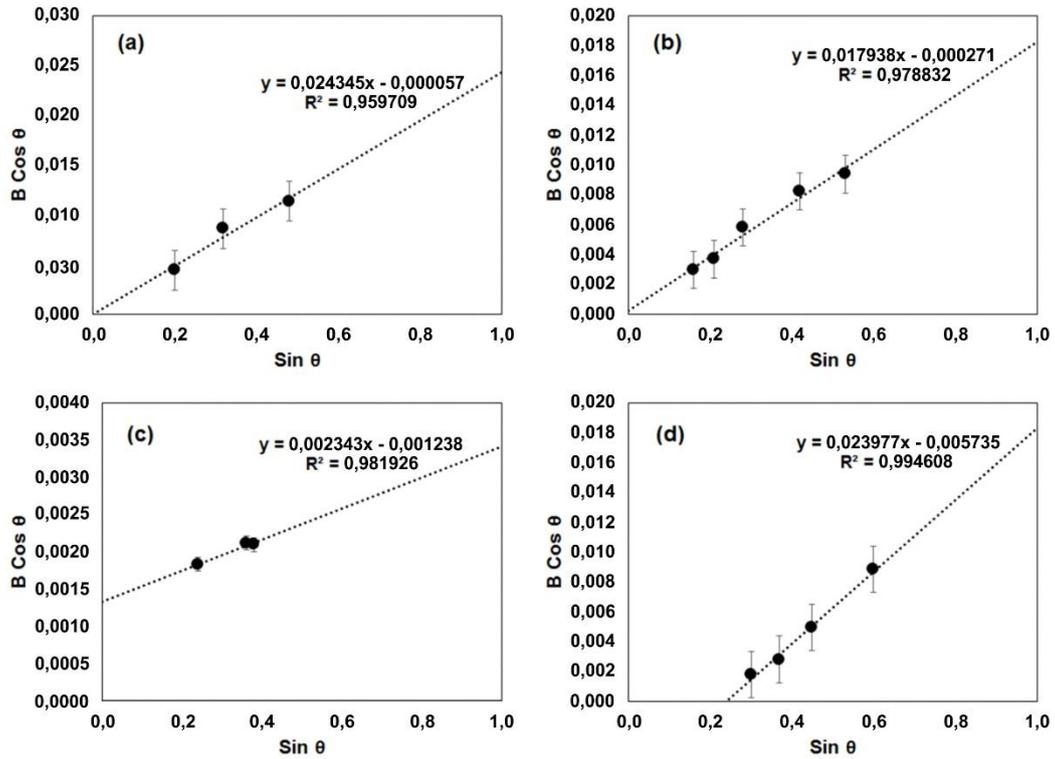
Nilai regangan kisi (ϵ) kemudian dihitung berdasarkan nilai 4ϵ yang diperoleh. Sedangkan nilai $b = k\lambda/L$ digunakan untuk menghitung ukuran kristalit (L). Di dalam menghitung ukuran kristalit, nilai λ yang digunakan sesuai dengan *incident beam* dari *tube* Cu-K α yang digunakan, yaitu 1,5406 Å (= 0,15406 nm), sementara nilai k yang digunakan adalah 1 (satu). Kemudian, untuk memudahkan analisis selanjutnya, hasil perhitungan regangan kisi (ϵ) dan ukuran kristalit (L) pada masing-masing kelompok ini kemudian dirangkum pada Tabel 3.

Seperti yang telah disebutkan sebelumnya, nilai regangan kisi dan ukuran kristalit ini bukan nilai mutlak, namun berupa nilai yang bersifat relatif karena hingga saat ini belum dapat dipastikan berapa nilai akurasinya. Oleh karena itu, nilai-nilai ini hanya dapat digunakan untuk dibandingkan satu sama lain (komparasi). Selanjutnya, Tabel 3 memperlihatkan pada kolom ukuran kristalit, nilai ukuran kristalit pada kelompok D bernilai negatif (tepatnya -27 nm). Nilai negatif ini hanya berupa nilai relatif yang menunjukkan hampir tidak adanya pengaruh ukuran kristalit dalam pelebaran puncak difraksinya, sehingga pada kelompok D hanya terdapat pengaruh regangan kisi saja pada pelebaran puncak difraksinya.

Hasil analisis (Tabel 3) menunjukkan bahwa setiap kelompok memiliki perbedaan nilai regangan kisi dan ukuran kristalit. Perbedaan ini memunculkan dugaan kuat bahwa probabilitas fasa mineralnya pun pastinya berbeda-beda pula. Namun, untuk membuktikannya, perlu dilakukan analisis fasa mineral pada masing-masing kelompok tersebut. Untuk menganalisis fasa mineral, diperlukan data nilai d (lihat kolom ketiga pada Tabel 1).

Teknik analisis fasa mineral dilakukan dengan cara membandingkan kecocokan nilai d antara hasil pengujian XRD dengan nilai d pada referensi fasa (PDF/ICDD) dengan toleransi nilai ± 0.01 Å (Suryanarayana dan Norton, 1998). Hasil analisis fasa pada Kelompok A, B, C, dan D berturut-turut dapat dilihat pada Tabel 4 hingga 8. Dari analisis fasa, diketahui bahwa probabilitas fasa pada Kelompok A, B, dan C secara berturut-turut adalah $\text{Na}_3\text{K}(\text{Al},\text{Si})_8\text{O}_{16}$, $\text{Mg}_3\text{B}_2(\text{OH})_6(\text{PO}_4)_2(\text{H}_2\text{O})_6$ dan $(\text{Na},\text{K})\text{AlSi}_3\text{O}_8$. Sedangkan pada Kelompok D terdapat dua probabilitas fasa sekaligus yaitu Fe_3O_4 (Tabel 7) dan FeTiO_3 (Tabel 8). Jika dikelompokkan berdasarkan nama mineralnya, probabilitas mineral kelompok A hingga C secara berturut-turut adalah nefelin, lueneburgit dan albit tingkat tinggi. Sementara dua probabilitas mineral pada kelompok D adalah magnetit (Fe_3O_4) dan ilmenit (FeTiO_3).

Kandungan logam Fe dan Ti merupakan kandungan utama yang akan diekstrak melalui serangkaian proses metalurgi ekstraksi. Oleh sebab itu, mineral-mineral yang mengandung Fe dan Ti merupakan mineral bernilai ekonomis utama (mineral bijih) pada pasir besi titan Yogyakarta. Dengan demikian, mineral magnetit yang mengandung Fe serta mineral ilmenit yang mengandung Fe dan Ti dapat digolongkan sebagai mineral bijih. Sementara itu, mineral-mineral yang teridentifikasi lainnya yaitu nefelin, lueneburgit, dan albit tingkat tinggi yang tidak mengandung unsur Fe maupun Ti dapat dikategorikan sebagai mineral non-bijih pada pasir besi titan Yogyakarta ini.



Gambar 3. Plot Williamson-Hall dengan garis regresi linier bergradient positif. (a) Kelompok A. (b) Kelompok B. (c) Kelompok C. (d) Kelompok D. Keterangan: *error bar* menunjukkan 1 x standard deviasi.

Tabel 3. Hasil kalkulasi nilai relatif regangan kisi dan ukuran kristalit.

Kelompok	Regangan Kisi	Ukuran Kristalit (nm)
A	0,0061	2703
B	0,0045	568
C	0,0006	124
D	0,0060	-27

Tabel 4. Analisis probabilitas fasa pada kelompok A.

Observasi			Referensi		
No. Puncak	d (Å)	d (Å)	hkl	Fasa	No. Referensi
7	3,9084	3,8971	201	Na ₃ K(Al,Si) ₈ O ₁₆	PDF # 76-2467
24	2,4232	2,4283	221	Na ₃ K(Al,Si) ₈ O ₁₆	PDF # 76-2467
34	1,6179	1,6220	502	Na ₃ K(Al,Si) ₈ O ₁₆	PDF # 76-2467

Tabel 5. Analisis probabilitas fasa pada kelompok B

Observasi			Referensi		
No. Puncak	d (Å)	d (Å)	hkl	Fasa	No. Referensi
3	4,8672	4,8594	020	Mg ₃ B ₂ (OH) ₆ (PO ₄) ₂ (H ₂ O) ₆	PDF # 80-1773
9	3,6488	3,6390	120	Mg ₃ B ₂ (OH) ₆ (PO ₄) ₂ (H ₂ O) ₆	PDF # 80-1773
20	2,7192	2,7288	$\bar{1}22$	Mg ₃ B ₂ (OH) ₆ (PO ₄) ₂ (H ₂ O) ₆	PDF # 80-1773
30	1,8362	1,8314	0 $\bar{4}2$	Mg ₃ B ₂ (OH) ₆ (PO ₄) ₂ (H ₂ O) ₆	PDF # 80-1773
38	1,4526	1,4517	$\bar{1}24$	Mg ₃ B ₂ (OH) ₆ (PO ₄) ₂ (H ₂ O) ₆	PDF # 80-1773

Tabel 6. Analisis probabilitas fasa pada kelompok C

Observasi				Referensi	
No. Puncak	d (Å)	d (Å)	hkl	Fasa	No. Referensi
13	3,1905	3,1992	002	(Na,K)AlSi ₃ O ₈	PDF # 83-2215
26	2,1558	2,1628	060	(Na,K)AlSi ₃ O ₈	PDF # 83-2215
28	2,0434	2,0361	241	(Na,K)AlSi ₃ O ₈	PDF # 83-2215

Tabel 7. Analisis probabilitas fasa pertama pada kelompok D (fasa Fe₃O₄).

Observasi				Referensi	
No. Puncak	d (Å)	d (Å)	hkl	Fasa	No. Referensi
22	2,5379	2,5322	311	Fe ₃ O ₄	PDF # 79-0418
27	2,1034	2,0996	400	Fe ₃ O ₄	PDF # 79-0418
33	1,7164	1,7143	422	Fe ₃ O ₄	PDF # 79-0418
39	1,2807	1,2807	533	Fe ₃ O ₄	PDF # 79-0418

Tabel 8. Analisis probabilitas fasa kedua pada kelompok D (fasa FeTiO₃)

Observasi				Referensi	
No. Puncak	d (Å)	d (Å)	hkl	Fasa	No. Referensi
22	2,5379	2,5415	$\bar{1}10$	FeTiO ₃	PDF # 75-0519
27	2,1034	2,1000	020	FeTiO ₃	PDF # 75-0519
33	1,7164	1,7205	231	FeTiO ₃	PDF # 75-0519
39	1,2807	1,2800	241	FeTiO ₃	PDF # 75-0519

Jika dikomparasikan dengan hasil studi pXRF sebelumnya (Purawiardi, Purawiardi dan Firdiyono, 2020), didapatkan suatu fakta yaitu hasil analisis XRD menggunakan metode pelebaran puncak difraksi ini dapat mendeteksi mineral-mineral non bijih nefelin dan lueneburgit yang tidak dapat dideteksi sebelumnya dengan karakterisasi pXRF. Selain itu, hasil analisis studi ini juga memiliki kelebihan yaitu dapat menentukan jenis mineral albit yang terkandung pada pasir besi titan Yogyakarta, yaitu jenis albit tingkat tinggi yang pada hasil karakterisasi pXRF tidak dapat ditentukan jenis albitnya. Namun, hasil analisis pada studi ini juga memiliki kekurangan yaitu tidak dapat mendeteksi adanya mineral bijih hematit serta mineral-mineral non-bijih hipersten, augit, kuarsa, dan biotit yang justru dapat diidentifikasi dari karakterisasi pXRF. Oleh sebab itu, hasil analisis mineral pada studi kali ini dapat digabungkan dengan hasil karakterisasi mineral menggunakan pXRF pada studi sebelumnya menjadi sebuah interpretasi gabungan sehingga dapat dihasilkan hasil analisis probabilitas mineralnya secara lebih maksimal.

KESIMPULAN

Berdasarkan analisis pelebaran puncak difraksi sinar-x menggunakan metode plot Williamson-Hall dapat disimpulkan beberapa hal sebagai berikut:

1. Probabilitas mineral-mineral bijih yang terkandung dalam pasir besi titan Yogyakarta adalah Fe₃O₄ (magnetit) dan FeTiO₃ (ilmenit).
2. Probabilitas mineral-mineral non-bijih yang terkandung pada pasir besi titan Yogyakarta adalah Na₃K(Al,Si)₈O₁₆ (nefelin), Mg₃B₂(OH)₆(PO₄)₂(H₂O)₆ (lueneburgit), dan (Na,K)AlSi₃O₈ (albit tingkat tinggi).
3. Puncak-puncak difraksi mineral-mineral non-bijih (nefelin, lueneburgit, dan albit tingkat tinggi) mengalami pelebaran akibat efek dari regangan kisi dan ukuran kristalit, sedangkan pelebaran puncak-puncak difraksi mineral-mineral bijih hanya diakibatkan oleh efek regangan kisi saja.
4. Hasil analisis pelebaran puncak difraksi XRD dan hasil karakterisasi pXRF sama-sama dapat mendeteksi adanya mineral-mineral bijih magnetit dan ilmenit, serta mineral non-bijih albit.

5. Hasil analisis pelebaran puncak difraksi XRD dapat mendeteksi mineral-mineral non-bijih nefelin dan lueneburgit yang tidak dapat diidentifikasi dari karakterisasi pXRF, namun tidak dapat mendeteksi mineral bijih hematit serta mineral-mineral non-bijih seperti hipersten, augit, kuarsa, dan biotit yang justru dapat diidentifikasi dari karakterisasi pXRF. Oleh karena itu hasil analisis dapat digabungkan untuk memperoleh interpretasi hasil yang lebih lengkap.

UCAPAN TERIMA KASIH

Ucapan terima kasih ditujukan kepada Saudara Ciswandi, Rifqo Anwarie dan Arda Yogatama dari PT. Multiteknindo Infotronika atas fasilitas pengujian XRD dan perangkat lunak HSP.

DAFTAR PUSTAKA

- Aarif Ul Islam, S. dan Ikram, M. (2019) "Structural stability improvement, Williamson Hall analysis and band-gap tailoring through A-site Sr doping in rare earth based double perovskite La₂NiMnO₆," *Rare Metals*, 38(9), hal. 805–813. doi: 10.1007/s12598-019-01207-4.
- Dey, P. C. dan Das, R. (2021) "Impact of silver doping on the crystalline size and intrinsic strain of MPA-capped CdTe nanocrystals: A study by Williamson–Hall method and size–strain plot method," *Journal of Materials Engineering and Performance*, 30(1), hal. 652–660. doi: 10.1007/s11665-020-05358-9.
- Erdoğan, E. (2019) "X-ray line-broadening study on sputtered InGaN semiconductor with evaluation of Williamson–Hall and size–strain plot methods," *Indian Journal of Physics*, 93(10), hal. 1313–1318. doi: 10.1007/s12648-019-01403-z.
- Kafashan, H. (2019) "X-ray diffraction line profile analysis of undoped and Se-doped SnS thin films using Scherrer's, Williamson–Hall and size–strain plot methods," *Journal of Electronic Materials*, 48(2), hal. 1294–1309. doi: 10.1007/s11664-018-6791-7.
- Kulkarni, A. B. dan Mathad, S. N. (2018) "Synthesis and structural analysis of Co–Zn–Cd ferrite by Williamson–Hall and size–strain plot methods," *International Journal of Self-Propagating High-Temperature Synthesis*, 27(1), hal. 37–43. doi: 10.3103/S106138621801003X.
- Kumar, R. (2017) "Characterisation of minerals and ores: On the complementary nature of select techniques and beyond," *Transactions of the Indian Institute of Metals*, 70(2), hal. 253–277. doi: 10.1007/s12666-016-1006-5.
- Madhavi, J. (2019) "Comparison of average crystallite size by X-ray peak broadening and Williamson–Hall and size–strain plots for VO₂+ doped ZnS/CdS composite nanopowder," *SN Applied Sciences*, 1(11), hal. 1509. doi: 10.1007/s42452-019-1291-9.
- Norouzzadeh, P., Mabhouti, K., Golzan, M. M. dan Naderali, R. (2020) "Consequence of Mn and Ni doping on structural, optical and magnetic characteristics of ZnO nanopowders: the Williamson–Hall method, the Kramers–Kronig approach and magnetic interactions," *Applied Physics A*, 126(3), hal. 154. doi: 10.1007/s00339-020-3335-9.
- Pratapa, S. dan O'Connor, B. (2002) "Development of MgO ceramic standards for x-ray and neutron line broadening assessments," *Denver X-ray Conference: Advances in X-ray Analysis*, 45, hal. 41–47.
- Purawiardi, I., Purawiardi, R. dan Firdiyono, F. (2020) "Probabilitas mineral pasir besi titan Yogyakarta berdasarkan studi pXRF," *Jurnal Teknologi Mineral dan Batubara*, 16(1), hal. 15–21. doi: 10.30556/jtmb.Vol16.No1.2020.1064.
- Pushkarev, S. S., Grekhov, M. M. dan Zenchenko, N. V. (2018) "X-ray diffraction analysis of features of the crystal structure of GaN/Al_{0.32}Ga_{0.68}N HEMT-Heterostructures by the Williamson–Hall method," *Semiconductors*, 52(6), hal. 734–738. doi: 10.1134/S1063782618060209.
- Suryanarayana, C. dan Norton, M. G. (1998) *X-ray diffraction: A practical approach*. 1 ed. New York: Plenum Press.

