

## KETERDAPATAN DAN TIPE MINERAL PADA BATUBARA SERTA METODE ANALISISNYA

Edy Nursanto<sup>1</sup>; Arifudin Idrus<sup>2</sup>; Hendra Amijaya<sup>3</sup>; Subagyo Pramumijoyo<sup>4</sup>

<sup>1</sup> Mahasiswa Program Doktor, Jurusan Teknik Geologi, Universitas Gadjah Mada  
<sup>2,3,4</sup> Jurusan Teknik Geologi, Universitas Gadjah Mada Yogyakarta

Masuk: 28 April 2011, revisi masuk : 3 Juli 2011, diterima: 15 Juli 2011

### ABSTRACT

*Coal is sediment composed by organic and inorganic materials with organic contents that more than 50%. The organic matters are derived from the remaining plants and have been decomposition and changes in physical and chemical properties. Based on their abundance, then the minerals in coal can be divided into primary minerals (major minerals), extra minerals minor minerals) and trace minerals. Consist of the major minerals are clay minerals and quartz while the minor minerals are carbonates, sulfides and sulfates. Analysis that used for mineral in coal is Microscopic optical, Scanning Electron Microscopic (SEM), Electron Probe Micro Analyzer (EPMA), and x-ray Diffraction (XRD).*

**Keywords:** Coal, Minerals, Microscopic Optic, SEM, EPMA, XRD

### INTISARI

Batubara adalah sedimen yang terdiri dari bahan organik dan anorganik. Batubara mengandung lebih 50% bahan organik. Bahan organik berasal dari sisa-sisa tumbuhan yang telah mengalami dekomposisi dan mengalami perubahan sifat-sifat fisik dan kimianya. Berdasarkan kelimpahan mineral yang terkandung di dalamnya, maka terdapat mayor elemen, minor elemen dan mineral jejak. Mineral- mineral mayor antara lain lempung dan kuarsa, sedangkan mineral minor antara lain karbonat, sulfida dan sulfat. Alat yang digunakan untuk analisa mineral antara lain mikroskop optik, *Scanning Electron Microscopic (SEM)*, *Electron Probe Micro Analyzer (EPMA)* dan *X-ray Diffraction (XRD)*.

**Kata kunci:** Batubara, Mineral, *Microscopic Optic*, SEM, EPMA, XRD

### PENDAHULUAN

Batubara adalah suatu material yang tersusun dari bahan organik dan anorganik dengan kandungan organik pada batubara dapat mencapai 50 % dan bahkan lebih dari 75 %. Bahan organik ini disebut maseral yang berasal dari sisa tumbuhan dan telah mengalami berbagai tingkat dekomposisi serta perubahan sifat fisik dan kimia baik sebelum ataupun sesudah tertutup oleh lapisan di atasnya, sedangkan bahan anorganiknya disebut mineral atau mineral *matter*. Kehadiran mineral dalam jumlah tertentu akan mempengaruhi kualitas batubara terutama parameter abu, sulfur dan nilai panas sehingga dapat membatasi penggunaan batubara. Keterdapatan mineral dalam

batubara bermanfaat dalam mempelajari genesanya (*Finkelman, 1993*).

Pembentukan batubara secara umum dapat dibagi dalam dua tahap yaitu: tahap *peatification* dan atau penggabutan (akibat proses biokimia) dan tahap *coalification* atau pembatubaraan (akibat proses geokimia). Tahap penggabutan merupakan tahap awal dari suatu proses pembentukan batubara. Pada tahap ini diperkirakan sisa tumbuhan yang terakumulasi tersimpan dalam kondisi reduksi di daerah rawa yang selalu tergenang air dengan kedalaman sekitar 0,5m sampai dengan 10m dari permukaan air. Sisa tumbuhan tersebut oleh aktivitas bakteri anaerobik dan jamur diubah menjadi gambut. Perubahan

<sup>1</sup>[edynursantoyk@yahoo.com.au](mailto:edynursantoyk@yahoo.com.au)

ini disebut proses biokimia karena aktivitasnya dilakukan oleh bakteri (*Stach, 1982*).

Tahap selanjutnya adalah proses pembatubaraan yang didominasi oleh proses geokimia. Dalam tahap ini terjadi kenaikan temperatur, tekanan dan waktu sehingga persentase unsur karbon dalam bahan asal pembentuk batubara ini cenderung untuk meningkat. Namun sebaliknya kandungan dari unsur hidrogen dan oksigen dalam sisa tumbuhan tadi menjadi berkurang. Karena proses pembatubaraan ini akan menghasilkan batubara dengan berbagai peringkat yang sesuai dengan tingkat kematangan pada bahan organiknya yaitu mulai dari lignit yang subbituminous, semi antrasit, antarasit dan meta antrasit. Adapun Faktor terpenting didalam tahap pembatubaraan adalah peningkatan secara berangsur angsur dari gradien geotermik, penimbunan (*burial*) dan waktu (*Stach, 1982*).

## METODE

Keterdapatan dan tipe mineral pada batubara adalah merupakan mineral atau mineral matter pada batubara dapat diartikan sebagai mineral-mineral dan material organik lainnya yang berasosiasi dengan batubara (*Ward, 1986*). Adapun secara keseluruhan mencakup tiga golongan material yaitu mineral dalam bentuk partikel diskrit dan kristalin pada batubara, unsur atau senyawa dan biasanya tidak termasuk unsur nitrogen dan sulfur, dan senyawa anorganik yang larut dalam air pori batubara dan air permukaan

Mineral matter pada batubara dapat berasal dari unsur anorganik pada tumbuh-tumbuhan pembentuk batubara atau disebut inherent mineral serta mineral yang berasal dari luar rawa atau endapan kemudian *ditransport* ke dalam cekungan pengendapan batubara melalui air atau angin dan dapat disebut *extra-neous* atau *adventitious* mineral matter (*Speight, 1994*). Berdasarkan dari episode pembentukannya (*Mackowsky, 1982*) membagi mineral matter menjadi dua kategori yaitu: *syngenetic* dan *epigenetic*. *Syngenetic (primary)* pada mineral matter adalah mineral yang terbentuk sebagai *detrital* maupun *authigenic*. Umumnya

mineral-mineral ini mempunyai ukuran butir lebih kecil dari mineral epigenetic dan tersebar secara merata pada batubara.

Berdasarkan atas dari kelimpahannya, maka mineral-mineral pada batubara dapat dibedakan atas: dari mineral utama (major minerals), mineral tambahan (minor minerals) dan mineral jejak (*trace minerals*). *Ranton(1982)* menggolongkan mineral utama jika kadarnya > 10% berat, mineral tambahan 1-10% dan mineral jejak, 1% berat. Umumnya yang termasuk mineral utama adalah mineral lempung dan kuarsa sedangkan mineral minor yang umum adalah karbonat, sulfida dan sulfat.

Mineral lempung (*Clay*) adalah merupakan kelompok yang paling dominan dijumpai pada batubara, sekitar 60-80% dari total mineral matter. Umumnya terdapat sebagai mineral primer yang terbentuk akibat adanya aksi air atau angin yang membawa material detrital ke dalam cekungan pengendapan batubara. Distribusi mineral lempung dalam batubara ini dikendalikan oleh kondisi kimia rawa (*Bustin, 1989*). Spesies mineral lempung umum terdapat dalam batubara adalah kaolinite, illite dan montmorillonit. Kaolinit ini umumnya terdapat dalam batubara secara syngenetic yang terkonsentrasi pada bidang perlapisan, tersebar pada vitrinit sebagai pengisi rekahan dan lainnya berbentuk speris. Sedangkan illite biasanya lebih banyak terdapat pada batubara dengan lapisan penutup (*roof*) batuan sedimen marin.

Mineral lempung yang terbentuk pada fase ke dua (*secondary*), umumnya dihasilkan oleh adanya transformasi dari lempung fase pertama. Bila kedalaman penimbunan bertambah, maka proporsi kaolinit berkurang sedangkan illite bertambah. Asosiasi mineral lempung pada lapisan batubara berupa inklusi halus yang tersebar dan sebagai pita-pita lempung (*tonstein*).

Kuarsa ( $\text{SiO}_2$ ) adalah merupakan salah satu mineral oksida yang paling penting terdapat dalam batubara (*Tylor et al, 1998*). Ada dua tipe dari kuarsa yang dapat dibedakan berdasarkan daripada teksturnya yaitu: butiran kuarsa klastik berbentuk bulat jika terendapkan melalui

media air dan berbentuk menyudut jika melalui media angin. Tipe lainnya adalah kuarsa kristal halus yang terbentuk dari larutan setelah pengendapan batubara. Kuarsa dalam batubara ini kebanyakan merupakan silika yang terlarut dari hasil pelapukan felspar dan mika. Kuarsa merupakan mineral *syngenetic* dan jarang ditemukan sebagai *epigenetic* (Ranton, 1982).

Karbonat, Terdapat 4 (empat) spesies mineral karbonat yang biasa ditemukan dalam batubara yaitu: kalsit ( $\text{CaCO}_3$ ), siderite ( $\text{FeCO}_3$ ), dolomite (Ca,

Mg)  $\text{CO}_3$  dan ankerit ( $\text{CaMgFe}$ )  $\text{CO}_3$ . Mineral-mineral ini dapat terbentuk baik pada fase syngenetic akhir maupun pada epigenetic (Diesel, 1992). Pada karbonat syngenetic umumnya terdapat dalam bentuk konkresi sferoidal dan sebagai pengisi rongga-rongga fusinite dan semifusinite. Siderit yang terbentuk dalam kondisi reduksi dapat dianggap sebagai karbonat primer, sedangkan kalsit dapat ini terbentuk baik dalam lingkungan air tawar maupun lya dolomit merupakan indikasi lingkungan pengendapan laut (Stach, 1982).

Tabel 1. Klasifikasi Mineral Yang Terdapat Pada Batubara Ditinjau Dari Segi Genetis(Bustin et al, 1989)

Jenis mineral	Primary (syngenetic) Formation		Secondary (Epigenetic) Formation	
	Detrital	Authigenic	Deposited in cleat fractures & cavities	Transformation of primary minerals
Clays	-Kaolinite $\text{Al}_2\text{Si}_2\text{O}_5(\text{OH})_4$ -Illite $\text{KAl}_2(\text{AlSiO}_3)_4(\text{OH})_2$ Mixed-layer clays	Sericite, smectite	--	Illite, chlorite (from other clays)
Carbonates	--	-Siderite $\text{FeCO}_3$ -Dolomite $(\text{CaMg})\text{CO}_3$ -Ankerite, -Calcite $\text{CaCO}_3$	-Ankerite (Mg,Fe,Mn) $\text{CO}_3$	--
Sulphides	--	Pyrite $\text{FeS}_2$ , Marcasite $\text{FeS}_2$ Melnikovite	Pyrite, marcasite, Sphalerite $\text{ZnS}$ , Galena $\text{PbS}$ , Chalcopyrite $\text{CuFeS}_2$	Pyrite (from siderite)
Silicas	Quartz- $\text{SiO}_2$	Quartz $\text{SiO}_2$ Chalcedony	--	--
Oxides & Hydroxides	Rutile $\text{TiO}_2$	Hematite $\text{Fe}_2\text{O}_3$ Limonite $\text{FeO}(\text{OH})\cdot 2\text{H}_2\text{O}$	--	--
Phosphates	Apatite $\text{Ca}_5\text{F}(\text{PO}_4)_3$	-Phosphorite -Apatite	--	--
Silicates	Zircon $\text{ZrSiO}_4$ Felspar Tourmaline, Micas	--	--	--
Sulphates	--	--	-Hydrated iron -Sulphate -Gypsum $\text{CaSO}_4\cdot 2\text{H}_2\text{O}$ (oxidation products)	--

Sulfida, adalah pirit dan markasit merupakan mineral sulfida yang paling umum terdapat pada batubara. Ke dua spesies mineral ini memiliki komposisi kimia yang sama ( $\text{FeS}_2$ ) hanya berbeda dalam bentuk kristalnya. Pirit berbentuk kubik dan markasit berbentuk ortorombik.

Mineral ini dapat terbentuk baik secara syngenetik maupun epigenetik dalam berbagai bentuk (Diesel, 1992). Beberapa bentuk dari mineral pirit yang telah ditemukan dalam batubara adalah sebagai berikut: a).Kristal pirit berukuran kecil dan terdapat sebagai inklusi dalam Vi-

trinit dan semufusinit dan seringkali ini berasosiasi dengan pirit framboidal. b). Nodul pirit atau markasit dengan ukuran hingga beberapa centimeter yang umumnya terdiri dari kristal-kristal membulat atau memanjang. c). Bentuk Fe-Sulfida syngenetic yang paling umum adalah kristal pirit dengan ukuran lebih kecil dari 2 mikron, terdapat dalam bentuk sferoidal atau framboidal dan berasosiasi dengan vitrit. d). Tipe kongresi dari kristal kecil bergabung membentuk lensa-lensa pipih atau pita-pita yang menunjukkan presipitasi pirit Laut (Renton, 1982). Klasifikasi dari mineral dapat dilihat pada Tabel 1.

Sulfat adalah mineral sulfat yang paling dominan terdapat pada batubara adalah bassanit dan gypsum. Umumnya mineral ini terbentuk dari hasil oksidasi mineral sulfida (pirit) pada batubara terutama bila berhubungan dengan udara luar dalam waktu lama.

#### PEMBAHASAN

Pemanfaatan dari batubara memerlukan pemahaman mengenai karakteristik pada mineral yang terkandung di dalamnya, akan tetapi kesulitan yang dihadapi ini dalam studi mineralogi pada batubara disebabkan antara lain adalah ukuran butir mineral sangat halus, adanya asosiasi mineral dengan komponen organik, dan bentuk dan gabungan mineral kompleks

Sejumlah teknik yang kini telah diterapkan dalam mengidentifikasi dan mengkuantifikasi mineral pada batubara antara lain adalah: Mikroskop optik, mikroskopis elektron (SEM), *Electron Probe Micro Analyser* (EPMA), difraksi sinar-X (XRD). Dalam rencana penelitian ini hanya digunakan dua metode yaitu mikroskop optik (sinar polarisasi) dan difraksi sinar-X.

Penentuan kandungan mineral matter merupakan Penentuan mineral matter menggunakan dasar DMMF (*Dry Mineral Matter Free*). Perhitungan dengan menggunakan rumus Parr (1928) dan King et.al (1936) dalam Ward, 2002, untuk rumus King menggunakan formula *King-Maries-Crossley*, disingkat KMC.

KMC formula:

$$MM = 1,13 A + 0,5 S_{pyr} + 0,8 CO_2 + 2,85 S_{so4} - 2,85 S_{ash} + 0,5 Cl \text{ (King et al, 1936 dalam Ward, 2002)}$$

Parr formula:

$$MM = 1,08 A + 0,55 S \text{ (Parr, 1928)}$$

$$MM = 1,13 A + 0,47 S_{pyr} + 05 Cl \text{ (Givenan Yarzab, 1978 dalam Ward, 2002)}$$

Keterangan :

MM = Persen mineral matter dalam batubara

A = Persen abu batubara

CO<sub>2</sub> = Persen karbonat dalam bentuk CO<sub>2</sub>

S<sub>pyr</sub> = Persen piritik sulfur di batubara

S<sub>so4</sub> = Persen sulfur sulfat di batubara

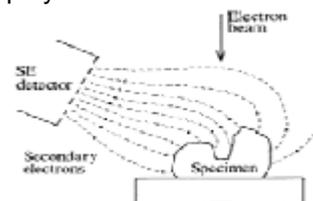
S<sub>ash</sub> = Persen sulfur abu batubara

S = Persen total sulfur

Cl = Persen klorin di batubara

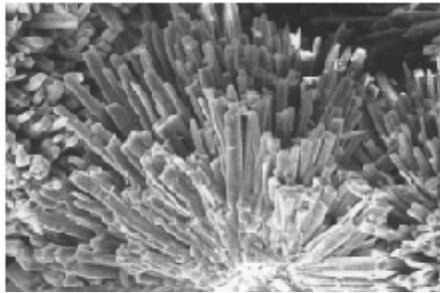
Metode analisis mineral pada batubara, *Scanning Electron Microprobe* Partikel-partikel mineral dalam batubara dapat dilihat dengan SEM (*Scanning Electron Microprobe*). Sampel yang dipakai untuk *electron microprobe* dapat berupa sayatan poles atau permukaan pecahan batubara.

Identifikasi mineral-mineral dalam batubara dilakukan oleh analisis X-ray fluorescence. Elemen-elemen ini secara dapat otomatis dikumpulkan oleh *Scanning Electron Microprobe*. Untuk melihat distribusi mineral-mineral dalam batubara juga bisa digunakan CCSEM (*Computer Controlled Scanning Electron Microscopy*). CCSEM digunakan untuk menentukan ukuran mineral, asosiasi mineral, komposisi dan banyaknya mineral dalam batubara. Gambar yang dihasilkan berbentuk tiga dimensi dengan menampilkan sinyal dari suatu detektor elektron pada layar television atau monitor komputer. SEM memiliki spektrometer sinar-X, lensa focusing, fasilitas untuk menyapu berkas dalam raster, pengaturan untuk mendeteksi elektron dan display sistem.

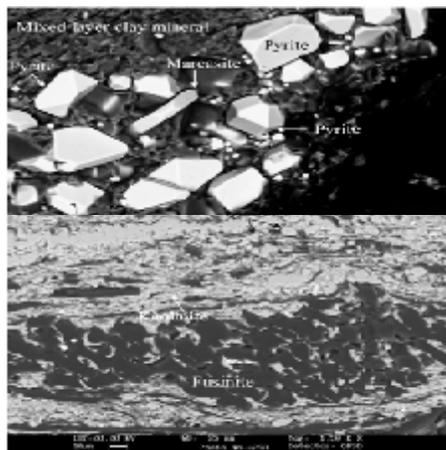


Gambar 1. Kumpulan elektron sekunder dari sampel oleh detektor Grid Bias Positif (Reed, 2005).

Pada umumnya digunakan tipe *secondary electron* (SE) yang dapat menampilkan topografi dari sampel. Sedangkan *backscattered electron* (BSE) ini digunakan untuk menampilkan variasi komposisi sampel. Ditampilkan pada Gambar 1. Kumpulan elektron sekunder dari sample.



Gambar 2. Aragonit Terlihat Pada Elektron Sekunder SEM (Reed, 2005)



Gambar 3. SEM Backscattering Image

*Electron Probe Micro Analyser*, adalah penentuan komposisi mineral dalam batubara dapat dilakukan dengan analisis *microprobe electron* pada sayatan poles. Alat ini mempunyai presisi baik. Dengan menggunakan *X-ray fluorescence synchrotron microprobe* dari alat ini digunakan untuk melihat atau menentukan mineral *trace element* di vein karbonat pada lapisan batubara. Alat EPMA (*Electron Probe Micro Analyzer*) merupakan salah satu instrumen modern yang dapat digunakan untuk melihat struktur mikro dari suatu material dan mampu untuk menganalisis baik secara kualitatif

maupun semi kuantitatif. Prinsip yang digunakan oleh alat ini adalah memanfaatkan sinyal-sinyal yang diperoleh dari hasil tumbukan antara elektron yang mempunyai energi tinggi dengan permukaan spesimen untuk mengamati keadaan material spesimen. Kelebihan dari analisis material dengan EPMA adalah : material dengan ukuran 1mm dapat dianalisa dengan cepat dan akurat tanpa melakukan kerusakan pada material tersebut. Dengan memanfaatkan spektrum X-ray yang dihasilkan, unsur-unsur penyusun dari material dapat diketahui (*analisis kualitatif*). Dengan memanfaatkan sifat X-ray yang dihasilkan, distribusi elemen dalam luas tertentu dari material yang sedang dianalisa sehingga komposisi mikro dari suatu material dapat diketahui.

Apabila suatu elektron terjadi bertumbukan dengan spesimen, maka antara elektron dengan spesimen akan berinteraksi yang sifatnya elastis dan tidak elastis. Pada interaksi yang bersifat elastis, energi yang dimiliki oleh elektron sebelum dan sesudah bertumbukan mempunyai nilai yang hampir sama, sedangkan pada interaksi yang tidak elastis sebagian dari energi yang dimiliki oleh elektron sebelum tumbukan akan dipindahkan pada spesimen dan akibatnya akan timbul elektron sekunder, X-ray, cahaya, panas. Elektron sekunder merupakan elektron yang dimiliki oleh spesimen dan ke luar dari spesimen akibat spesimen tersebut ditumbuk oleh elektron yang datang dari luar. Besarnya energi yang dimiliki elektron sekunder berkisar 50ev. X-ray terbentuk apabila suatu unsur ditembak oleh photon yang mempunyai energi cukup tinggi. Di laboratorium X-ray ini dibangkitkan dengan menembak unsur dengan elektron yang mempunyai energi yang tinggi sehingga dihasilkan *Primer X-ray* atau dengan memberikan radiasi pada unsur dengan X-ray yang mempunyai energi tinggi sehingga dihasilkan elektron sekunder atau *X-ray Fluorescence* yang mempunyai energi photon rendah.

Sistem elektron optik terdiri dari elektron gun, lensa kondensor dua tahap, *scanning coil*, *objective aperture* dan unit-unit lainnya. Elektron gun merupakan

sumber elektron yang stabil dan digunakan untuk memproduksi elektron beam. Elektron-elektron ini diperoleh dari elektron gun dengan proses yang disebut *Thermionic emission*, yaitu proses yang menggunakan temperatur cukup tinggi untuk mengeluarkan sebagian elektron dari sumbernya. Di dalam elektron gun terdapat filamen yang berfungsi sebagai katode. Filamen ini mempunyai bentuk lancip pada ujungnya menyerupai huruf V dengan diameter antara 5-10cm bahan yang digunakan untuk filamen biasanya wolfram. Lensa kondensator terdiri dari 2 buah lensa, yang mana lensa *objektif* digunakan untuk memperbesar beam yang telah dibentuk pada *cossever*, sehingga diperoleh ukuran akhir spot pada sampel sebesar 5-200nm. Dengan cara ini besarnya arus beam yang akan menumbuk sampel dapat ditentukan, sedangkan pada *scanning coil* merupakan alat untuk menggerakkan beam. Sistem pengamatan mikroskop berfungsi sebagai mikroskop untuk mengamati spesimen, sedangkan stage sistem merupakan alat untuk menempatkan dan mengatur posisi dari sampel dalam peralatan EPMA.

Sistem deteksi sinyal elektron, merupakan alat untuk merubah elektron yang ke luar dari spesimen menjadi sinyal listrik yang dapat digunakan untuk membuat *Scanning Electron Microscope (SEM) image*. Vakum sistem merupakan alat untuk mengatur kevakuman dalam alat EPMA. Ruang pada pemvakuman awal, alat ini merupakan tempat untuk mengeluarkan dan memasukkan spesimen ke dalam alat EPMA. Dengan membuat sistem vakum lokal, mengeluarkan dan memasukkan spesimen ke dalam alat dapat dilakukan tanpa mengganggu sistem vakum secara total.

Detektor X-ray yang paling banyak digunakan untuk sistem spektrometer adalah gas proportional control (Gambar 6). Alat ini terdiri dari tabung yang dilengkapi dengan kawat tungsten tipis, diisi dengan gas dan diberi potensial 1-3KV. Pada saat photon X-ray memasuki tabung melalui window, photon tersebut akan di-serap oleh atom-atom gas untuk menghasilkan photoelektron yang kemudian energinya akan tu-

run karena digunakan untuk mengionisasi atom-atom gas lain. Elektron yang dihasilkan kemudian melakukan interaksi dengan kawat tungsten untuk menghasilkan pulsa-pulsa. Gas yang digunakan umumnya adalah campuran argon dengan metan (90% argon: 10% metan).

Sistem deteksi sinyal X-ray terdiri dari 5 buah kristal yaitu LIF, ADF, RAF dan PbST. Kristal tersebut mampu mendeteksi panjang gelombang yang dihasilkan dari tumbukan antara elektron dengan atom-atom yang terdapat dalam spesimen. Elektron gun merupakan alat untuk menghasilkan elektron beam yang mempunyai energi tinggi dan kemudian difokuskan pada permukaan spesimen yang akan dianalisa dan berfungsi sebagai target. Pada waktu alat EPMA ini dioperasikan, filamen lalu dipanaskan dan diberi tegangan negatif sebesar 1-50kV, saat itu elektron akan keluar dari ujung filamen yang lancip dan gerakannya akan dipercepat oleh perbedaan potensial yang tinggi antara katoda dan anoda (1.000-50.000volt). Di dalam elektron gun terdapat wehnett hal ini yang mempunyai bentuk silinder dan diberi potensial antara 0-2.500volt. Fungsi dari wehnett adalah memfokuskan elektron yang ke luar dari filamen, sehingga terbentuk *cross over* dengan diameter (do) 10-50 $\mu$ . Elektron yang terbentuk pada *cross over* kemudian diperbesar oleh lensa kondensator dan untuk selanjutnya dilewatkan pada lensa *objektif* dan digunakan untuk menembak spesimen. Pada waktu elemen ditumbukkan dengan spesimen, sebagean dari elektron tersebut dipantulkan oleh permukaan spesimen. Elektron yang dipantulkan disebut *Back Scattered Electron (BSE)*. BSE yang dihasilkan kemudian ditangkap BSE detektor dan sinyal yang diperoleh detektor ini kemudian digunakan untuk memberikan informasi mengenai *topography* permukaan spesimen. Elektron-elektron lain yang tidak dipantulkan oleh permukaan spesimen akan melakukan penetrasi ke bagian dalam spesimen sampai kedalaman 1-2 $\mu$ m dan mengeksitasi elektron yang terdapat pada atom-atom spesimen sebagai hasil dari eksitasi elektron tersebut akan dihasilkan X-ray dengan panjang gelombang tertentu, tergantung

pada atomnya. Panjang gelombang X-ray yang dihasilkan kemudian ditangkap oleh detektor X-ray, karena panjang gelombang untuk tiap unsur mempunyai harga tertentu maka panjang X-ray yang terdeteksi dapat digunakan untuk mengidentifikasi unsur-unsur yang terdapat dalam suatu spesimen dan analisis unsur dengan cara ini disebut sebagai analisa kualitatif.

Hal yang mesti diperhatikan untuk analisis EPMA adalah sifat dari material itu sendiri yang akan dianalisis. Material yang tidak konduktif, penembakan spesimen elektron kemungkinan akan menimbulkan penumpukan muatan pada permukaan spesimen (*charge up*). Untuk menghindari terjadinya *charge up*, spesimen tidak konduktif perlu dibuat konduktif dengan cara melapisi permukaan spesimen dengan material yang konduktif seperti emas, perak, aluminium atau karbon.

*X-ray diffraction analysis* adalah metode yang telah banyak digunakan secara luas dalam mengidentifikasi mineral pada batubara (Finkelman et al, 1981). Untuk memperoleh hasil yang optimum, contoh batubara dipreparasi sampai ukuran halus. Komponen organik (*mase-ral*) dan untuk anorganik (mineral) dapat dipisahkan dengan cara dipanaskan pada kondisi suhu rendah (*low temperature ashing*). Komponen organik akan teroksidasi sehingga tinggal komponen mineralnya. Residu ini selanjutnya dianalisis dengan menggunakan difraktometer. Difraktogram yang dihasilkan selanjutnya diinterpretasi dengan menggunakan tabel Hanawalt dan *X-ray powder data file (PDF)*. Mineral-mineral dalam batubara dan di dalam residu *Low Temperature Ashing*. Pada umumnya mineral-mineral dalam batubara adalah kuarsa, mineral-mineral clay (khususnya kaolinit, illite, dan smetic), felspar, karbonat seperti siderit, kalsit, dolomit dan mineral sulfida seperti pirit. Tabel 2. adalah mineral-mineral ini yang ada di batubara dan di residu *Low Temperaur Ashing (LTA)*. Difraksi sinar-X terjadi pada hamburan elastis foton-foton sinar-X oleh atom dalam sebuah kisi periodik. Hamburan monokromatis dari sinar-X dalam fasa tersebut memberikan interferensi yang

konstruktif.

Dasar penggunaan dari difraksi sinar X untuk mempelajari kisi kristal adalah berdasarkan persamaan *Bragg* :  $n\lambda = 2d \sin \theta$  ;  $n = 1, 2, \dots$  dan seterusnya. Dengan  $\lambda$  adalah panjang gelombang sinar-X yang digunakan,  $d$  adalah jarak antara dua bidang kisi,  $\theta$  adalah sudut antara sinar datang dengan bidang normal dan  $n$  adalah orde pembiasan. Berdasarkan dari persamaan *Bragg* jika seberkas sinar-X dijatuhkan pada sampel kristal, maka biand kristal itu akan membiaskan sinar-X yang memiliki panjang gelombang sama dengan jarak antar kisi dalam kristal tersebut. Sinar yang dibiaskan dan akan ditangkap oleh detektor kemudian diterjemahkan sebagai sebuah puncak difraksi. Makin banyak bidang kristal yang terdapat dalam sampel, makin kuat intensitas pembiasan yang dihasilkannya. Tiap puncak yang muncul pada pola XRD mewakili satu bidang kristal yang memiliki orientasi tertentu dalam sumbu tiga dimensi. Puncak-puncak yang didapatkan dari data pengukuran kemudian dicocokkan dengan standar difraksi dari sinar-X. Keuntungan utama penggunaan sinar-X dalam karakterisasi material adalah kemampuan penetrasinya, sebab sinar-X adalah gelombang elektromagnetik dengan panjang 0,5-2,0mikron. Sinar ini dihasilkan dari penembakan logam dengan elektron berenergi tinggi. Elektron ini mengalami perlambatan saat masuk ke dalam logam dan menyebabkan elektron pada kulit atom logam tersebut terpental membentuk kekosongan. Elektron dengan memancarkan kelebihan energinya sebagai foton sinar-X.

Metode sinar-X digunakan untuk mengetahui struktur dari lapisan tipis yang terbentuk. Sampel diletakkan pada sampel holder difraktometer sinar-X. Proses difraksi sinar-X ini dimulai dengan menyalakan difraktometer sehingga diperoleh hasil difraksi berupa difraktogram yang menyatakan hubungan antara sudut difraksi  $2\theta$  dengan intensitas sinar-X yang dipantulkan.

Tabung sinar-X, pada umumnya sinar diciptakan dengan percepatan arus listrik atau setara dengan transisi kuantum partikel dari satu energi state ke

lainnya. Ketika elektron menabrak anoda:1). Menabrak atom dengan kecepatan perlahan dan menciptakan radiasi bremsstrahlung atau panjang gelombang kontinu. 2). Secara langsung menabrak atom atau menyebabkan terjadinya transisi menghasilkan panjang gelombang garis. Sinar-X merupakan radiasi elektromagnetik yang memiliki energi tinggi sekitar 200eV sampai 1MeV. Sinar-X dihasilkan oleh interaksi antara berkas elektron eksternal dengan elektron pada kulit atom. Spektrum sinar-X memiliki panjang gelombang 5-10nm dan berfrekuensi 10<sup>17</sup>-10<sup>20</sup> Hz dan memiliki energi 10<sup>3</sup>-10<sup>6</sup> eV. Panjang gelombang sinar-X memiliki orde yang sama dengan jarak antar atom sehingga dapat digunakan sebagai sumber difraksi kristal. Difraksi sinar-X merupakan teknik yang digunakan dalam karakteristik mineral untuk mendapatkan informasi tentang ukuran atom dan material kristal maupun non kristal. Difraksi tergantung pada struktur kristal dan panjang gelombangnya. Jika panjang gelombang jauh lebih dari pada ukuran atom atau konstanta kisi kristal maka tidak akan terjadi peristiwa difraksi. Ukuran atom dinyatakan dalam orde angstrom (Å), supaya terjadi peristiwa difraksi maka panjang gelombang dari sinar yang melalui kristal harus dalam orde angstrom (Å).

Skema tabung sinar-X dihasilkan dari tumbukan antara elektron kecepatan tinggi dengan logam target. Dari prinsip dasar ini, maka alat untuk menghasilkan sinar-X harus terdiri dari beberapa komponen utama, yaitu: a. Sumber elektron (katoda). b. Tegangan tinggi untuk mempercepat elektron. c. Logam target (anoda). Ketiga komponen tersebut merupakan komponen utama dari suatu tabung sinar-X.

Komponen difraksi sinar-X ada dua macam yaitu: a. Slit dan film. b. Monokromator Sinar-X dihasilkan di suatu tabung sinar katode dengan pemanasan kawat pijar untuk menghasilkan elektron-elektron, kemudian elektron-elektron tersebut dipercepat terhadap suatu target dengan memberikan suatu voltase dan menembak target dengan elektron. Ketika elektron-elektron mempunyai energi yang cukup untuk mengeluarkan elek-

tron-elektron dalam target, karakteristik spektrum sinar-X dihasilkan. Spektrum ini terdiri atas beberapa komponen-komponen dan komponen yang paling umum adalah K $\alpha$  dan K $\beta$ . K $\alpha$  terdiri dari K $\alpha_1$  dan K $\alpha_2$ . K $\alpha_1$  mempunyai panjang gelombang sedikit lebih pendek dan mempunyai intensitas dua kali lebih besar dari intensitas dari K $\alpha_2$ . Panjang gelombang yang spesifik merupakan karakteristik dari bahan target (Cu, Fe, Mo, Cr). Disaring oleh kertas perak atau kristal monochrometers yang akan menghasilkan sinar-X monokromatik yang diperlukan untuk difraksi. Tembaga adalah bahan sasaran yang paling umum untuk difraksi kristal tunggal dengan radiasi Cu K $\alpha$  = 05418 Å. Sinar-X ini bersifat collimated dan mengarahkan ke sampel. Pada saat sampel dan detektor diputar, intensitas sinar pantul in direkam. Ketika geometri dari peristiwa sinar-X memenuhi persamaan Bragg, interferens konstruktif terjadi dan suatu puncak di dalam intensitas terjadi. Detektor akan merekam dan memproses isyarat penyinaran ini dan mengkonversi itu menjadi suatu arus yang akan dikeluarkan pada printer atau layar komputer.

Prosedur difraksi sinar-X merupakan percobaan dengan menggunakan difraksi sinar-X kebanyakan terbatas pada zat padat saja. Hasil yang paling baik akan diperoleh apabila digunakan kristal tunggal. Difraksi sinar ini dapat pula dilakukan dengan menggunakan padatan dalam bentuk serbuk yang sebenarnya terdiri dari kristal-kristal yang sangat kecil atau juga dapat menggunakan padatan dalam bentuk kumparan yang biasa digunakan untuk menentukan struktur molekul yang mempunyai ukuran yang sangat besar. Alat yang digunakan untuk mengukur dan mempelajari difraksi sinar-X dinamakan Goniometer.

Pada metode kristal tunggal ini, sebuah kristal yang berkualitas baik, diletakkan sedemikian rupa sehingga dapat berotasi pada salah satu sumbu Kristalnya. Ketika kristal itu diputar pada salah satu sumbu putar, seberkas sinar-X monokromatik dipancarkan ke arah kristal. Ketika kristal berputar, perangkat-perangkat bidang yang ada dalam kristal beruntun akan memantulkan berkas si-

nar-X. Berkas sinar-X yang dipantulkan ini kemudian direkam pada sebuah piringan fotografik. Jika yang digunakan piringan datar, akan diperoleh suatu pola seperti terlihat pada Gambar 9 tetapi apa-bila yang digunakan adalah film fotografik lengkung berbentuk silinder dengan kris-tal yang diuji terletak ditengah silinder, maka akan diperoleh suatu deretan spot yang berbentuk garis lurus sehingga pengukuran akan menjadi semakin mudah. Mikroskopis optic ( sinar pantul),

teknik analisis mineral pada batubara yang banyak digunakan saat ini adalah dengan memakai mikroskop refleksi baik dengan sinar biasa maupun fluorescen. Metode ini sangat berguna dalam mendeskripsi tipe dan keterdapatan mineral pada batubara. Informasi yang dapat diperoleh dengan cara ini meliputi jenis mineral serta asosiasinya dengan mase-ral. Karakteristik mikroskopis beberapa mineral yang sering dijumpai pada batu-bara dapat dilihat pada Tabel 2.

Tabel 2. Sifat-sifat optik beberapa mineral yang umum terdapat pada batubara (Falcon & Snyman, 1986)

Mineral	Intensitas sinar pantul	Warna	Anisotropism	Ciri-ciri khusus
Kaolinite, Illite, Mntmorilonite	Tidak ada	Kelabu hitam	Isotropik	Lunak
Calcite, dolomit, ankerite	Sedang	Tidak berwarna-putih-kuning-kecoklatan	Anisotropik tinggi, refl.dalam	Belahan rombik, kembaran, kekerasan sedang
Siderite	Tinggi	Kuning –coklat	Intern refl.	Kompak, nodular, keras
Pyrite	Sangat tinggi	Kuning perunggu	Isotrop	Berbutir masif, keras
Marcasite	Sangat tinggi	Kuning perunggu	Anisotrop tinggi	Tabular, keras
Hematite	Tinggi	Abu-abu	Anisotropik, refl.dalam	Tabular, berbutir keras
Limonite-Geothite	Sedang	Abu-abu	Anisotropik lemah, refl.dalam	Masif, kompak, granular
Kuarsa	Rendah	Kelabu-hitam	Anisotropik lemah, refl.dalam	Granular, keras

## KESIMPULAN

Bahan anorganik dalam batubara disebut mineral atau mineral matter. Keterdapatan mineral dalam batubara bermanfaat dalam mempelajari genesa dan pemanfaatannya. Umumnya yang termasuk mineral utama dalam batubara adalah mineral lempung dan kuarsa sedangkan mineral minor yang umum adalah karbonat, sulfida dan sulfat. Teknik analisis yang sesuai dipa-kai untuk mineral dalam batubara adalah : Mikroskopis optik, mikroskopis elektron (SEM), *Electron Probe Micro Analyser* (EPMA), difraksi sinar-X (XRD).

## DAFTAR PUSTAKA

- Bustin R.M., 1989, *Coal Petrology: Its Principles, Methods, and Applications*, Geological Association of Canada, (Reprint Edition).
- Diesel C.F.K., 1992, *Coal Bearing Depositional System*, Springer Verlag, Berlin. P.137-158.
- Falcon R.M.S. & Snyman, C.P., 1986, *An Introduction to Coal Petrography*, Finkelman R.B., 1993, *Trace and Minor Elements in Coal*, In *Organic Geochemistry* (Engel, M.H & Macko, S.A) Plenum Press, New York, pp. 299-318.
- Finkelman, R.B., and Gluskoter, H.J., 1981, *Characterization of Minerals in Coal : problems and pro-*

- mises in Fouling and Slagging Resulting from impurities in Combustion Gases (Bryer, ed), New Hampshire, pp. 299-318.
- Mackowsky M.TH, 1982, Minerals and Trace Elements Occuring in Coal, In Stach E. et al : Stach's Textbook of Coal Petrology, Geb. Borntraeger, Berlin-Stuttgart, p.153-170.
- Ranton J.J., 1982, Mineral matter in coal In Meyer
- Reed, S.J.B., 2005, Electron Microprobe Analysis and Scanning Electron Microscopy in Geology, Cambridge University, New York, 190 p.
- Stach E., 1982, Coal Petrology, Gebrüder Borntraeger, Berlin, Stuttgart, p.38-43
- Speight J.G., 1994, The Chemistry and Technology of Coal, Marcel Dekker Inc., New York.
- Taylor G.H., Chandra D., 1998, Gondwana Coal in Coal Petrology, Gebrüder Borntraeger, Berlin, Stuttgart, p. 191-194.
- Ward C.R., 1986, *Review of Mineral Matter in Coal*, Australian Coal Geology, Geol.Soc. of Australia, Vol. 6 pp. 87-107.