

Pencirian Batu Reput Di Negeri Perlis Menggunakan XRD Dan SEM

Mohd Nazry Salleh, Khairul Nizar Ismail, Kamarudin Hussin, Shamsul Baharin Jamaludin dan Che Mohd Ruzaidi Ghazali

Pusat Pengajian Kejuruteraan Bahan
Kolej Universiti Kejuruteraan Utara Malaysia,
Kompleks Pusat Pengajian KUKUM
02600 Jejawi, Perlis.
nazry@kukum.edu.my

ABSTRAK

Pencirian batu reput yang diperolehi daripada pembekal Tasuh Kuari Sdn. Bhd. dilakukan dengan menggunakan Pembelauan Sinar-X (XRD) dan Mikroskop Imbasan Elektron dengan penganalisa spektrometer serakan tenaga sinar-x (SEM-EDS). Penentuan fasa mineral yang hadir dalam sampel batu reput menggunakan XRD menunjukkan fasa utama yang hadir ialah $[CaMg(CO_3)_2]$ selain sistem kristal trigonal-rombohedral dan kumpulan ruang ialah R-3. Penggunaan SEM-EDS membolehkan analisa terhadap mikrostruktur batu reput menggunakan SEM dan ujian komposisi kimia menggunakan EDS dapat dilakukan dengan serentak. Selain itu, komposisi mineral utama dalam batu reput dilakukan melalui kaedah pemetaan elemen secara visual ke atas imej mikrostruktur batu reput. Kajian lanjutan terhadap aplikasi batu reput ini dapat menambah nilai mineral tersebut di mana sebelum ini, penggunaan batu reput adalah terhad sebagai pengisi dalam pembinaan jalanraya. Pencirian ke atas batu reput ini menunjukkan ianya berpotensi kepada industri pembinaan, produk perhiasan dan pertanian.

Kata Kunci : Batu reput, XRD, SEM-EDS.

1. PENGENALAN

Batuan boleh ditakrifkan sebagai agregat semulajadi yang terdiri daripada satu atau lebih mineral. Kajian terhadap batuan atau dikenali sebagai sains *Petrografi* bermaksud kajian dan interpretasi secara saintifik terhadap genesis, evolusi dan kajian termodinamik terhadap proses pembentukan sesuatu jenis batuan.

Batu reput adalah istilah yang diberikan oleh penduduk negeri Perlis untuk menamakan sejenis batuan yang berwarna cerah. Batuan ini dipercayai banyak terdapat di sekitar kawasan Chuping, Perlis. Batuan ini digunakan secara meluas untuk membuat lapisan asas jalan sebelum diturap dengan tar. Sebagai contoh, Kuari Koperasi Rimba Mas Padang Besar membekalkan 80% hasil batu reputnya untuk kegunaan pembinaan lebuh raya Kuala Perlis-Changlun.

Statistik awal menunjukkan bahawa negeri Perlis mempunyai simpanan batu kapur yang banyak iaitu 540 juta tan berbanding Selangor yang lebih luas hanya 530 juta tan. Menurut laporan kutipan hasil bahan batuan dari sumber Jabatan Tanah dan Galian Negeri Perlis, kuantiti batu kapur yang dikeluarkan di negeri Perlis adalah melebihi 1 juta tan matrik setahun. Walau bagaimanapun, batu kapur di sekitar Mata Ayer sesuai digunakan untuk industri simen manakala batu kapur yang terdapat di Kubang Tiga, Chuping didapati mengandungi kandungan Magnesium Oksida yang tinggi di mana ianya tidak sesuai untuk industri simen. Batu kapur jenis ini dikenali sebagai batu reput oleh masyarakat setempat. Batu reput didefinisikan sebagai batuan sedimen yang terhasil dari proses pemendapan sungai atau laut yang memakan masa berjuta-juta tahun. Ianya mempunyai lebih dari 20 peratus kandungan mineral Magnesium Oksida.

Terdapat enam kuari yang terlibat dalam pengeluaran batu reput di negeri Perlis iaitu Kuari Koperasi Felda Rimba Mas, Kuari Konsortium Indera, Kuari Salleh bin Hassan, Kuari Syarikat Bersepadu, Kuari Kesuma Abadi Sdn. Bhd. dan Kuari Pertubuhan Peladang. Walau bagaimanapun, pengeluaran terbesar batu reput di negeri Perlis adalah daripada Kuari Koperasi Felda Rimba Mas dan Kuari Konsortium Indera.

Pencirian batu reput menggunakan pengimejan mikroskop imbasan elektron dapat mempamerkan dan menjelaskan lagi bentuk hablur dan taburan fasa-fasa mineral dengan lebih tepat. Sinar-X digunakan untuk mengira kandungan elemen dan konsentrasinya dan diterjemahkan dalam bentuk imej dengan kaedah segmentasi warna imej berkenaan mengikut unsur yang diwakilkan.

2. KAEDAH KAJIAN

Batu reput yang digunakan dalam penyelidikan ini adalah dibekalkan oleh Tasuh Kuari Sdn. Bhd. Bahan mentah ini diperolehi secara pukal daripada pembekal dalam pelbagai saiz. Peringkat persampelan dan penyediaan sampel adalah yang paling penting di mana tujuan utamanya adalah untuk mengurangkan jisim sampel pukal dengan banyak, jadi bahagian yang mewakili sampel kekal dalam setiap kategori atau peringkat ujian. Sampel-sampel yang telah diperolehi dilakukan persampelan dengan menggunakan kaedah kon dan sukuan bagi mendapatkan perwakilan sampel yang tepat. Sampel-sampel ini kemudiannya akan dianalisa dengan menggunakan peralatan Pendarflour Sinar-x (XRF), Penyerakan Sinar-x (XRD) dan analisa menggunakan Mikroskop Imbasan Elektron (SEM).

2.1 Penyediaan Sampel Batu Reput

Analisis saiz partikel yang lengkap telah dijalankan dengan menggunakan ayak daripada model Unit Test bersaiz 4.000 mm hingga 0.038 mm dengan menuruti siri punca kuasa dua susunan ayak. Ayak yang bersih disusun dengan aturan ayak yang bersaiz besar di atas dan ayak yang bersaiz kecil di bawah. Sebanyak 250 g sampel batu reput ditimbang dan dituang ke dalam ayak bersaiz besar. Selepas itu susunan ayak tersebut diletakkan di atas penggoncang ayak. Proses pengayakan dijalankan selama 20 minit. Selepas itu sampel dikeluarkan dan berat sampel tertahan di atas setiap ayak ditimbang dan taburan saiz partikel dikira.

Analisis saiz partikel kemudiannya telah dilakukan ke atas pengisi batu reput dengan menggunakan peralatan Malvern Mastersizer model 2000. Fungsi primer analisis saiz partikel adalah untuk memperolehi data kuantitatif mengenai saiz dan taburan saiz partikel. Alat ini digunakan untuk mengukur saiz zarah di dalam julat 0.5-200 μm . Sebanyak 0.5g – 3.0 g sampel digunakan untuk analisis ini. Sampel dimasukkan dengan berhati-hati ke dalam bekas takungan pada alat tersebut sehingga paras pancaran laser yang kabur diperolehi. Pancaran laser yang kabur menunjukkan bahawa amaun sampel yang diperlukan untuk analisis sudah mencukupi. Sampel dikacau dan laser dipancarkan menembusi kanta khas yang disediakan untuk proses pengukuran taburan saiz zarah. Saiz zarah dikira secara automatik dengan perisian yang dilengkapi bersama-sama dengan alat tersebut.

2.2 Analisis Menggunakan Mikroskop Imbasan Elektron (SEM)

SEM adalah singkatan daripada *Scanning Electron Microscope* (Mikroskop Imbasan Elektron). SEM merupakan suatu mikroskop elektron yang membina imejnya sebagai rangkaian titik-titik seperti dalam televisyen dan menggunakan elektron menggantikan cahaya untuk menghasilkan imej. SEM menggunakan suatu alur elektron pengesan yang sangat halus melalui keseluruhan permukaan spesimen untuk memancarkan pelbagai variasi signal yang berkadar terus dengan amaun radiasi. Titik-titik ini akan menyambung antara satu sama lain dengan pantas supaya imej setiap titik menjadi garisan, dan garisan ini

bergerak di bawah skrin dengan cepat sehingga dilihat sebagai imej sempurna dengan mata kasar. Imej tersebut direkodkan dalam keseluruhan dengan membenarkan maklumat titik dengan titik dibina dalam turutan pada filem fotografik. SEM ini juga mengandungi resolusi yang tinggi, jadi sampel dapat difokuskan pada tahap yang tinggi. Pemeriksaan ke atas permukaan batu reput dijalankan dengan menggunakan mikroskop pengimbas cahaya, SEM JEOL model JSM-6460LA. Ianya dilakukan untuk mengkaji morfologi rekahan sampel dan keadaan permukaan sampel yang menggunakan voltan pecutan 12kV dan arus sinaran 1-3 nA.

2.3 Analisis Serakan Sinar-X (XRD)

Kajian mineral asas telah dijalankan ke atas sampel dengan menggunakan kaedah belauan sinar-x untuk menentukan fasa mineral yang hadir di dalam sampel. Analisis yang dilakukan adalah berdasarkan maklumat struktur hablur mineral tersebut. Kaedah ini hanya boleh mengesan bahan berhablur sahaja sementara bahan amorfus seperti kaca tidak dapat ditentukan. Alat yang digunakan dalam kaedah ini adalah daripada jenis Shimadzu model XRD-6000 yang menggunakan sinaran $\text{CuK}\alpha$. Keadaan imbasan ditetapkan pada 45 kV, 30 mA dan kadar imbasan adalah $2^\circ\text{C}/\text{minit}$. Slip pencapahan sinaran ditetapkan pada 2 mm dan 3 mm manakala slip penerima adalah 1 mm dan 0.2 mm. Julat sudut puncak (2θ) yang diimbasi ialah dalam julat 5.0° hingga 70.0° .

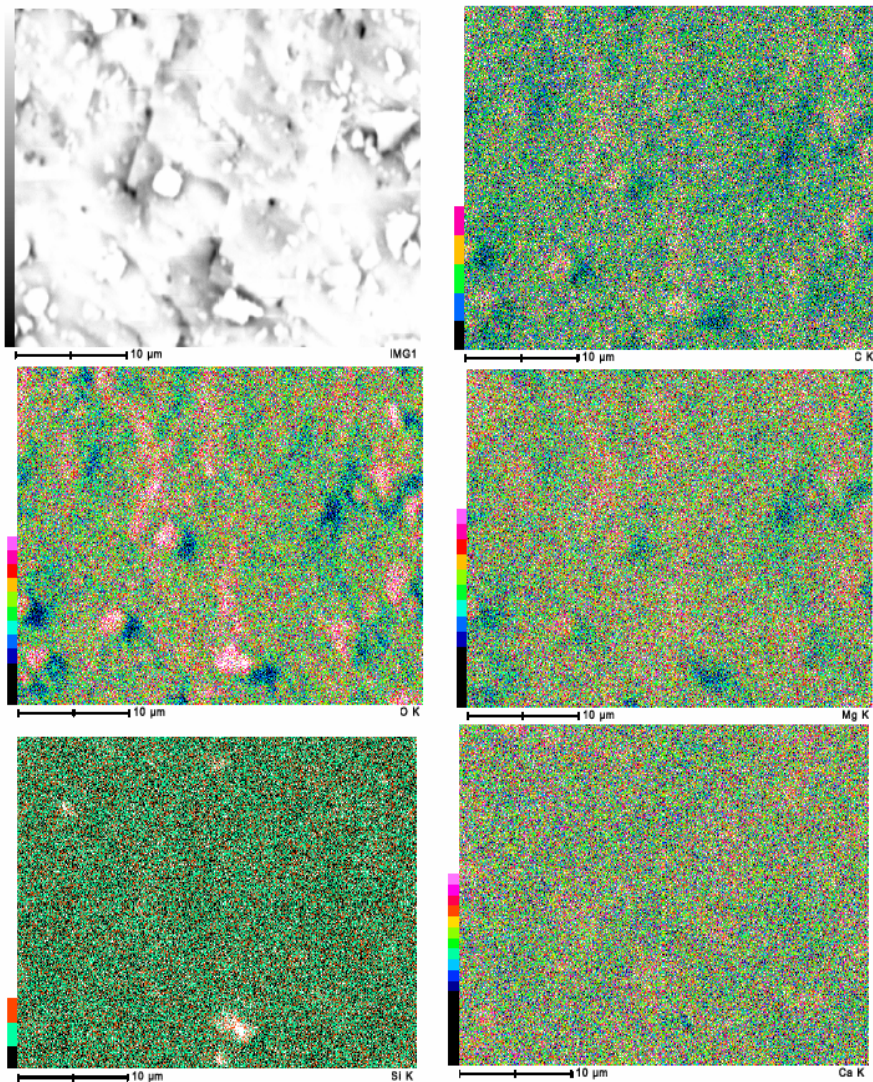
2.4 Analisis Pendafloue Sinar-X (XRF)

Sampel batu reput dianalisis dengan menggunakan kaedah pendarkilau sinar-x (XRF) untuk menentukan komposisi kimia di mana ia dapat mengenalpasti unsur-unsur dan sebatian yang hadir di dalam sampel tersebut. Pendarkilau sinar-x berkebolehan untuk menganalisa sampel yang mempunyai gred sehingga 100 bpj (bahagian per juta). Peralatan ini juga berkeupayaan untuk mengenalpasti unsur boron (5B) sehingga unsur uranium (92U). Bagi penyediaan sampel untuk analisis XRD, 0.6g sampel dikisar sehingga $75\mu\text{m}$, dicampurkan dengan 6.0g fluks di dalam krusibel platinum dan dibakar di dalam alat pelakuran. Bit kaca yang dihasilkan daripada pembakaran tersebut telah dianalisa. Analisa ini diperolehi daripada pancaran laser yang difokuskan ke atas sampel tersebut dan keputusan yang diperolehi direkodkan.

3. KEPUTUSAN DAN PERBINCANGAN

3.1 Analisis Menggunakan Mikroskop Imbasan Elektron (SEM)

Penggunaan SEM-EDS telah berupaya menganalisa imej mikrostruktur dan analisis kuantitatif permukaan spesimen. Imej mikrostruktur batu reput bersama komposisi kimia permukaan berupaya diperolehi serentak, seterusnya pemetaan secara visual dapat dilakukan bagi mengkaji taburan komposisi kimianya. Rajah 1 menunjukkan pemetaan secara visual yang dilakukan terhadap imej mikrostruktur batu reput. Terdapat empat elemen yang biasa hadir dalam batu reput setelah dilakukan pemetaan secara visual iaitu Ca, Mg, O dan C. Elemen-elemen ini adalah elemen utama dan berkonsentrasi tinggi selain elemen Si yang turut hadir. Berdasarkan pemetaan pada Rajah 1, elemen-elemen utama seperti Ca, Mg, C dan O telah menunjukkan corak pemetaan yang lebih jelas dan taburannya adalah seragam di semua kawasan. Konsentrasi Ca dilihat hampir menyeluruh manakala konsentrasi Si adalah yang paling rendah disebabkan corak pemetaannya yang kurang jelas.

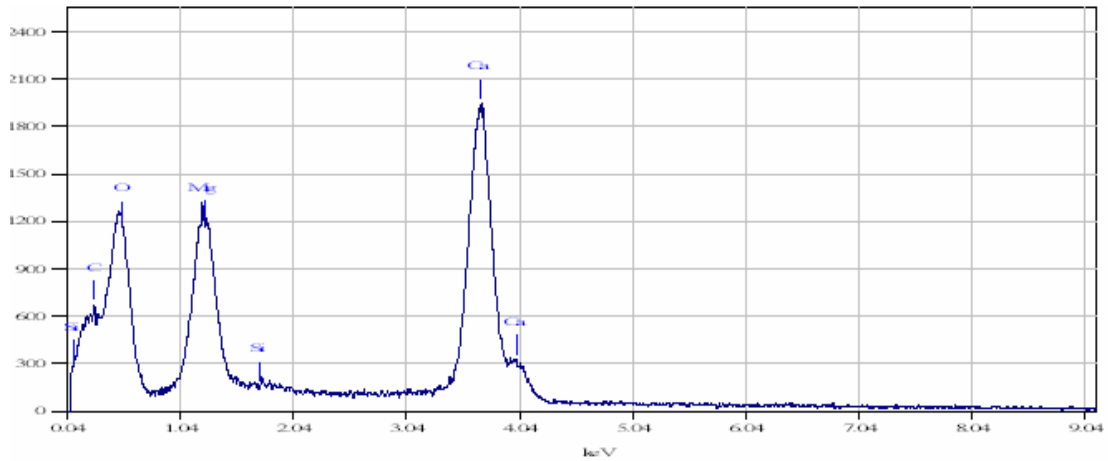


Rajah 1: Pemetaan imej mikrostruktur secara visual mengikut elemen yang hadir.

Daripada analisa yang telah dijalankan, terdapat kandungan CaO dan MgO yang tinggi dalam sampel batu reput. Jadual 1 dan Rajah 2 menunjukkan keputusan analisis kuantitatif yang dijalankan menggunakan kaedah (SEM-EDS).

Jadual 1: Analisis Kuantitatif Sampel Batu Reput Menggunakan Kaedah (SEM-EDS).

Kandungan	Peratus komposisi (%)
C	8.96
MgO	14.07
CaO	76.61
SiO ₂	0.36

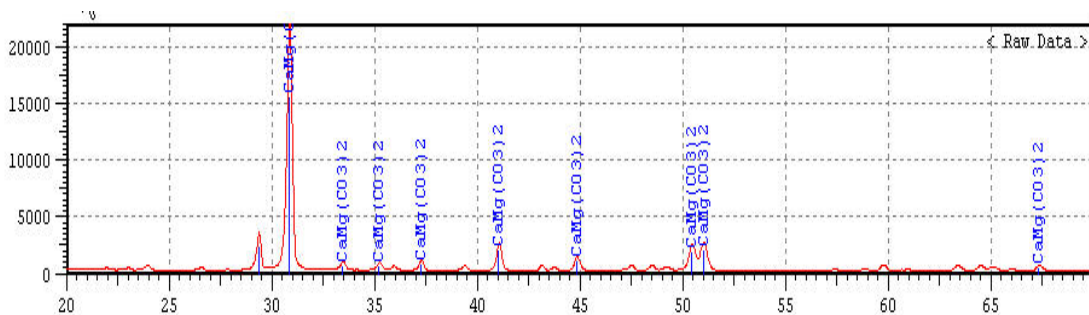


Rajah 2: Analisis Kuantitatif Yang Menunjukkan Kandungan Utama Batu Reput.

Daripada Jadual 1 dan Rajah 2, kandungan utama bagi sampel batu reput di negeri Perlis ini ialah CaO iaitu sebanyak 76.61% dan MgO iaitu sebanyak 14.07%. Kandungan MgO yang tinggi menyebabkan batu reput ini tidak dapat digunakan dalam industri simen.

3.2 Analisis Serakan Sinar-X (XRD)

Rajah yang menunjukkan keamatan dan sudut 2θ diperolehi dan ia telah dipadankan dengan puncak piawai untuk bukan organik. Rajah 3 menunjukkan hasil pemadanan puncak piawai bahan bukan organik dengan puncak yang diperolehi daripada sampel batu reput. Berdasarkan Rajah 3, fasa mineral yang utama yang hadir adalah $\text{CaMg}(\text{CO}_3)_2$.



Rajah 3: Fasa mineral yang hadir menggunakan analisis XRD.

Puncak yang diperolehi daripada analisis XRD ini dipadankan dengan data yang terdapat dalam perisian menunjukkan formula kimia bagi batuan ini yang paling hampir ialah kalsium magnesium karbonat, $\text{CaMg}(\text{CO}_3)_2$ dan nama mineralnya ialah *dolomite*. Berdasarkan analisis yang telah dijalankan, batu reput ini adalah dari sistem kristal trigonal-rombohedral dan kumpulan ruang ialah R-3. Ini adalah sama dengan struktur *dolomite* di mana ia terdiri daripada struktur kristal yang sama (Gaines et.al., 1997). Daripada analisis ini juga didapati terdapat satu puncak yang tidak dipadankan dengan mineral *dolomite* ini. Ini berkemungkinan terdapat unsur lain di dalam sampel batu reput ini. Menurut Gaines et.al. (1997), bendasing yang kebiasaannya terdapat dalam mineral *dolomite* ini adalah seperti Ferum, Mangan, Kobalt, Plumbum dan Zink.

3.3 Analisis Pendafloor Sinar-X (XRF)

Analisis komposisi kimia sampel batu reput dijalankan dengan kaedah sinar-x pendafloor (XRF). Jadual 2 menunjukkan keputusan analisis komposisi kimia untuk unsur-unsur yang terdapat di dalam sampel batu reput.

Jadual 2 : Komposisi kimia sampel batu reput menggunakan analisis XRF.

Kandungan	Komposisi kimia (% berat)
CaO	42.56
MgO	22.73
Fe ₂ O ₃	0.51
SiO ₂	0.8

Berdasarkan analisis XRD yang dilakukan, kandungan utama batu reput adalah CaO iaitu sebanyak 42.56 % dan MgO sebanyak 22.73 %. Analisis XRF ini menunjukkan komposisi utama yang sama dengan dengan analisis SEM-EDS di mana kandungan utama batu reput bagi kedua-dua analisis ini adalah CaO dan MgO. Menurut Xu Lingling dan Deng Min (2004), komposisi kimia *dolomite* adalah CaO iaitu sebanyak 29.46 % dan MgO sebanyak 20.65 %.

4. KESIMPULAN

Batu reput di negeri Perlis mempunyai kandungan utama iaitu CaO dan MgO yang tinggi. Terdapat persamaan antara batu reput dan *dolomite* dari segi sifat fizikal dan komposisi kimia. Penyelidikan lanjut berkaitan batu reput ini akan membantu meningkatkan penggunaan batu reput yang selama ini hanya tertumpu kepada industri pembinaan kecil dan juga pembinaan jalan. Dengan cara ini ia akan meningkat nilai tambah kepada sumber asli yang terdapat dengan banyak di negeri Perlis dan dapat digunakan menjana ekonomi negeri.

5. RUJUKAN

- [1] Samtani, M. et. al. (2001). Thermal analysis of ground dolomite, confirmation of results using an X-Ray powder diffraction methodology. *Thermochimica Acta*. 367-368: 297-309.
- [2] Gaines et. al. (1997). Dana's New Mineralogy, 8th Ed. Pg. 480.
- [3] Xu Lingling & Deng Min. (2004). Dolomite used as raw material to produce MgO-based expansive agent. *Cement and Concrete Research*.
- [4] L. M. Barcina, A. Espina, M. Suarez, J. R. Garcia, J. Rodriguez. 1997. Characterization of Monumental Carbonate Stone by Thermal Analysis (TG, DTG, DTA). *Thermochimica Acta*. 290, 181-189.