

## Standard Operating Procedure for Scanning Electron Microscopy-Energy Dispersive Spectrometer (SEM-EDS)

### Kegunaan *instrument*:

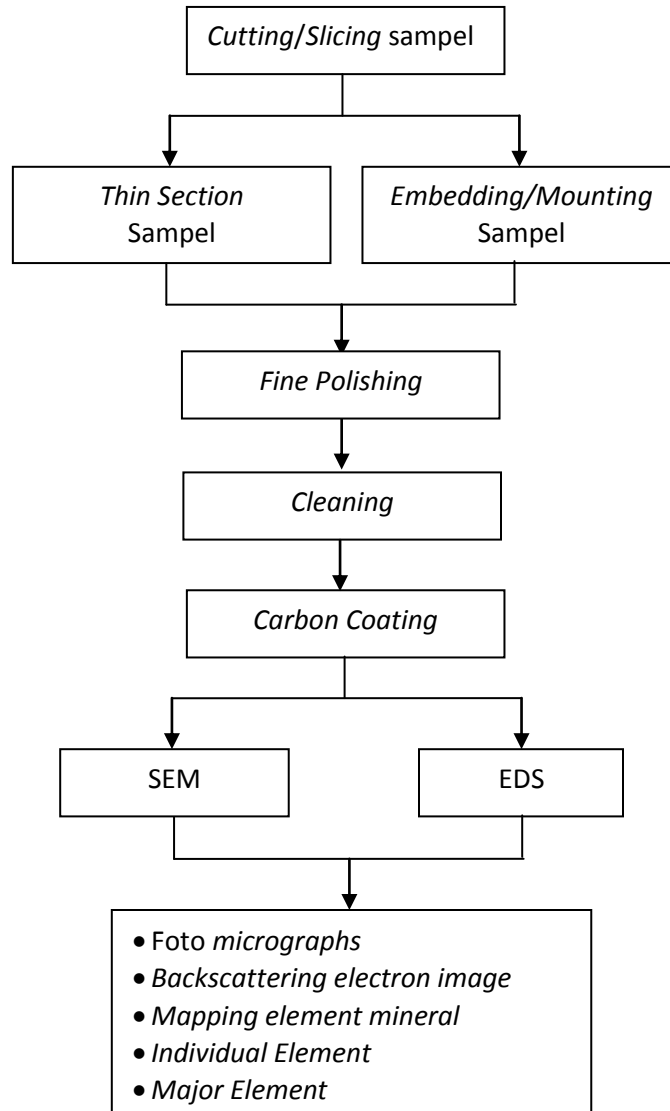
- SEM adalah sebuah *instrument* yang digunakan untuk mendeteksi dan merekam permukaan/morfologi bahan *inorganic* dan *organic* dalam ukuran micron.
- Jika dilengkapi dengan EDS maka dapat digunakan untuk mendapatkan nilai secara kuantitatif *element* tunggal/*major element* yang terkandung pada mineral/batuan dari semua jenis batuan atau bahan.

### Kondisi ruangan untuk alat SEM:

- Temperatur 17 C°-26 C°
- Kelembaban; tidak lebih besar dari 80% dan tidak kurang dari 20%
- Maksimal 5 orang dalam ruangan termasuk operator, harus memakai baju lab standar.

### Alat dan Bahan:

Tahap Kegiatan	Alat	Bahan
Preparasi sampel	<ul style="list-style-type: none"> <li>• <i>Diamond saw</i> untuk membuat lembar potongan sampel</li> <li>• Gerindra (<i>grinding</i>) model pelat putar</li> <li>• <i>Drying oven</i> model <i>plat</i> atau <i>microwave</i> dilengkapi dengan pengatur temperatur dan waktu</li> <li>• <i>Ultrasonic cleaner</i></li> <li>• Seperangkat miskroskop polarisasi atau bijih</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• <i>Glass</i> preparat</li> <li>• Serbuk <i>carborondum</i> yang berukuran: 100, 300, 800, 1500, 3000, 4000 (<math>\mu\text{m}</math>).</li> <li>• Perekat resin: <i>epoxy</i> atau <i>petropoxy</i></li> <li>• <i>Specimen holder</i> untuk <i>embedding/mounting</i> sampel <i>Aluminum foils</i></li> <li>• Larutan <i>acetone</i> atau <i>ethanol/methanol</i>.</li> <li>• <i>Tissue</i></li> <li>• Kaos tangan plastik</li> </ul>
<i>Fine Polishing</i>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Seperangkat alat <i>diamond poles</i></li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• <math>\text{Al}_2\text{O}_3</math> atau <i>diamond suspensions</i> (30 - 15 - 5 - 1 - 0.1<math>\mu\text{m}</math>)</li> <li>• <i>Colloidal SiO<sub>2</sub> or Electropolish</i></li> </ul>
<i>Carbon coating</i>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Seperangkat alat <i>vacuum evaporation coater</i></li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Batang <i>carbon</i></li> <li>• Komparator warna</li> </ul>
Analysis	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Seperangkat alat Scanning Eletron Microscope (SEM-EDS) Quanta 450</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Gas <i>nitrogen</i></li> <li>• Printer</li> <li>• <i>Sample holder</i></li> </ul>



Gambar 1. Tahapan dan alur kerja Scanning Electron Microscope- Energy Dispersive Spectrometer (SEM-EDS)

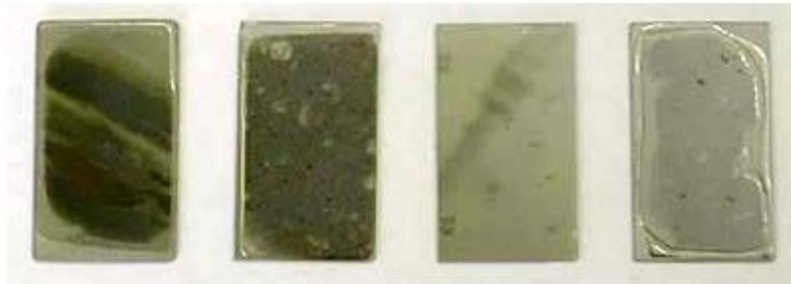
### Prosedur kerja:

#### Tahap 1: Preparasi sampel

Pada tahap ini sama dengan pembuatan sayatan pipih dan sampel bijih. Perbedaannya untuk *thin section* tidak boleh di *cover*, permukaan sayatan harus terbuka untuk memudahkan pendeteksian unsur. Berdasarkan bentuknya dapat dibagi menjadi dua jenis sampel yang dapat di deteksi oleh SEM-EDS sebagai berikut:

- Sayatan pipih (*thin section*):

- Lembaran potongan batuan di dudukkan (di rekatkan dengan resin) di atas gelas transparan untuk mendapatkan sifat optik mineral atau unsur (Gambar 2).
- *Embedding/mounting* untuk batuan, mineral dan fosil.
- *Chip* sampel tertanam dalam resin *epoxy* dengan permukaan telah dipoles yang sangat halus dan rata (Gambar 3).



Gambar 2. Contoh *standard* ketebalan *thin section* (menipis dari kanan ke kiri), ketebalan sampel minimal  $< 0,3$  mm.



Gambar 3. *Embedded/Mounted* sampel batuan dan mineral (1-inc epoxy)

### **Tahap 2: Pemolesan halus (*fine polishing*):**

Permukaan sampel dipoles halus dengan menggunakan *diamond poles*, ini bertujuan untuk mendapat menghaluskan permukaan sampel dan mendapatkan warna asli mineral. Pemolesan digunakan di atas mesin pemutar yang dilengkapi dengan kertas *polish* (Gambar 4),

larutan  $\text{Al}_2\text{O}_3$  atau *diamond suspensions* (30 - 15 - 5 - 1 -  $0.1\mu\text{m}$ ) digunakan sebagai larutan pemoles serta dapat diakhiri dengan memberi larutan *colloidal SiO<sub>2</sub>* atau *Electropolish*.



Gambar 4. Mesin untuk *fine polishing* atau lebih dikenal dengan *diamond poles*

### Tahap 3: Pembersihan permukaan sampel

Pembersihan diawali dengan menggunakan *ultrasonic* selama 1-5 menit sebelum preparasi *thin section* dan sebelum sample di *carbon coating*. Hal ini dimaksudkan menghilangkan debu, butiran *carborondum*, dll. untuk menghindari kontaminasi. Pembersihan permukaan sampel dapat dilanjutkan dengan dengan *acetone* atau dengan *ethanol/methanol*, bias dilakukan pada setiap tahap kecuali setelah *carbon coating*.



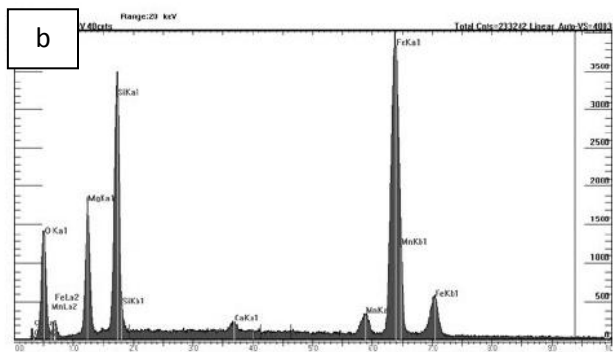
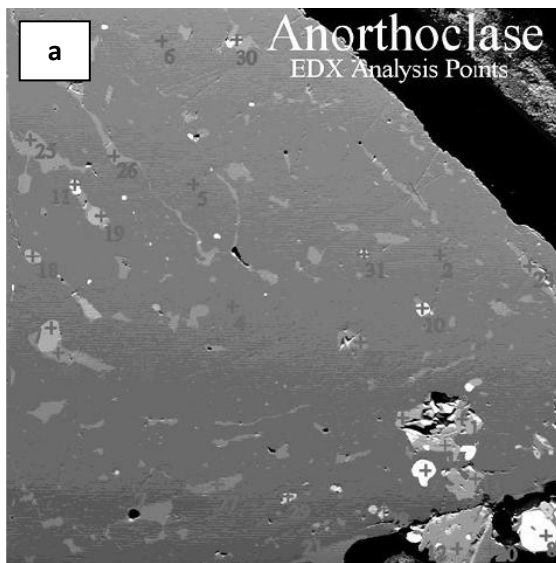
Gambar 5. *Vacuum evaporation coater* untuk carbon coating

#### Tahap 4: Carbon coating

Permukaan sampel dilapisi dengan karbon dengan menggunakan alat *vacuum evaporation coater*. Ketebalan yang dianjurkan adalah 10 nm, dapat menggunakan komparator warna.

#### Tahap 5: Perekaman data

Menentukan sampel *point* sebagai titik deteksi dengan SEM (Gambar 6a), *shoot point* di jadikan acuan untuk melakukan deteksi dengan EDS untuk mendapatkan data kuantitatif *element* (Gambar 6b). Untuk mendapatkan hasil yang maksimal perlu disiapkan referensi pembandingan untuk kalibrasi unsur, biasanya telah tersedia pada *software* sebagai bagian dari *instrument*. Akurasi sangat ditentukan oleh permukaan sampel halus dan rata, selain itu kemahiran dalam menentukan *point*.



Click on image for a fullsize version in a new window.

ANALYSIS REPORT			
Anorthoclase point 031			
Element	Line	Weight %	Atomic %
O*		37.50	57.25
Mg	Ka	14.31	14.38
Si	Ka	16.68	14.50
Ca	Ka	0.43	0.26
Mn	Ka	1.77	0.79
Fe	Ka	29.31	12.82
Total		100	100

Gambar 6. Contoh hasil rekaman data dari *instrument* SEM-EDS; a) Sampel point oleh SEM, b) Spektrum hasil deteksi unsur oleh EDS

## Standard Operating Procedure for X-ray Diffractometer (XRD)

### Kegunaan *instrument*:

- XRD adalah sebuah *instrument* yang digunakan untuk merekam nilai secara kuantitatif *element* tunggal yang terkandung pada mineral/batuan dari semua jenis batuan atau bahan.

### Kondisi ruangan untuk alat SEM:

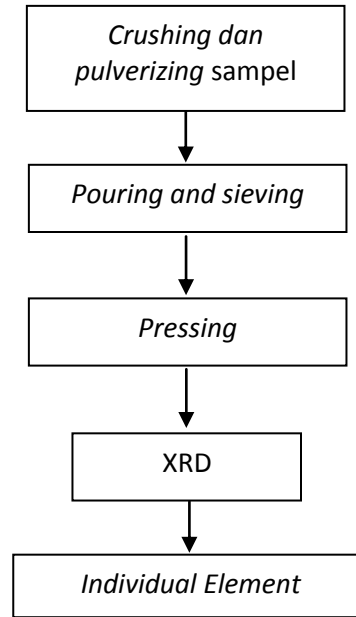
- Temperatur 17 C°-26 C°, pendingin ruangan tidak boleh dimatikan.
- Kelembaban; tidak lebih besar dari 80% dan tidak kurang dari 20%
- Maksimal 5 orang dalam ruangan termasuk operator

### Keamanan (*safety*):

- Harus menggunakan baju laboratorium untuk menghindari terkena larutan kimia
- Menggunakan kaos tangan plastik untuk menghindari kontaminasi
- Tersedia lampu tanda yang menandakan bahwa *instrument* sedang atau tidak beroperasi

### Alat dan Bahan:

Tahap Kegiatan	Alat	Bahan
Preparasi sampel	<ul style="list-style-type: none"><li>• <i>Iron mortar</i> atau <i>crusher machine</i></li><li>• Sieving &lt;270 mesh</li><li>• <i>Drying oven</i></li><li>• Seperangkat timbangan digital</li><li>• <i>Specimen holder</i></li></ul>	<ul style="list-style-type: none"><li>• Laruran <i>ethanol/ methanol</i>.</li><li>• Larutan HCL</li><li>• Aluminium <i>foil</i></li><li>• <i>Tissue</i></li><li>• <i>Glove</i> plastik</li><li>• Baju laboratorium standard</li></ul>
Analysis	<ul style="list-style-type: none"><li>• Seperangkat alat XRD-7000L data processing unit, 200/220V single-ph 30A), X-ray tube 2kW, X-ray generator 3kW)</li></ul>	<ul style="list-style-type: none"><li>• Gas <i>nitrogen</i></li><li>• Printer</li><li>• <i>Sample holder</i></li></ul>

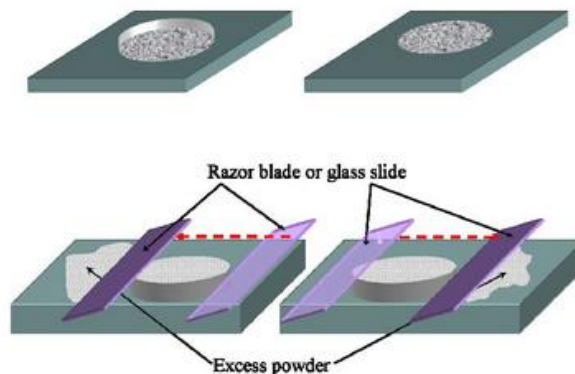


Gambar 1. Tahapan dan alur kerja X-ray Diffractometer (XRD)

**Prosedur kerja:**

**Tahap 1: Preparasi sampel**

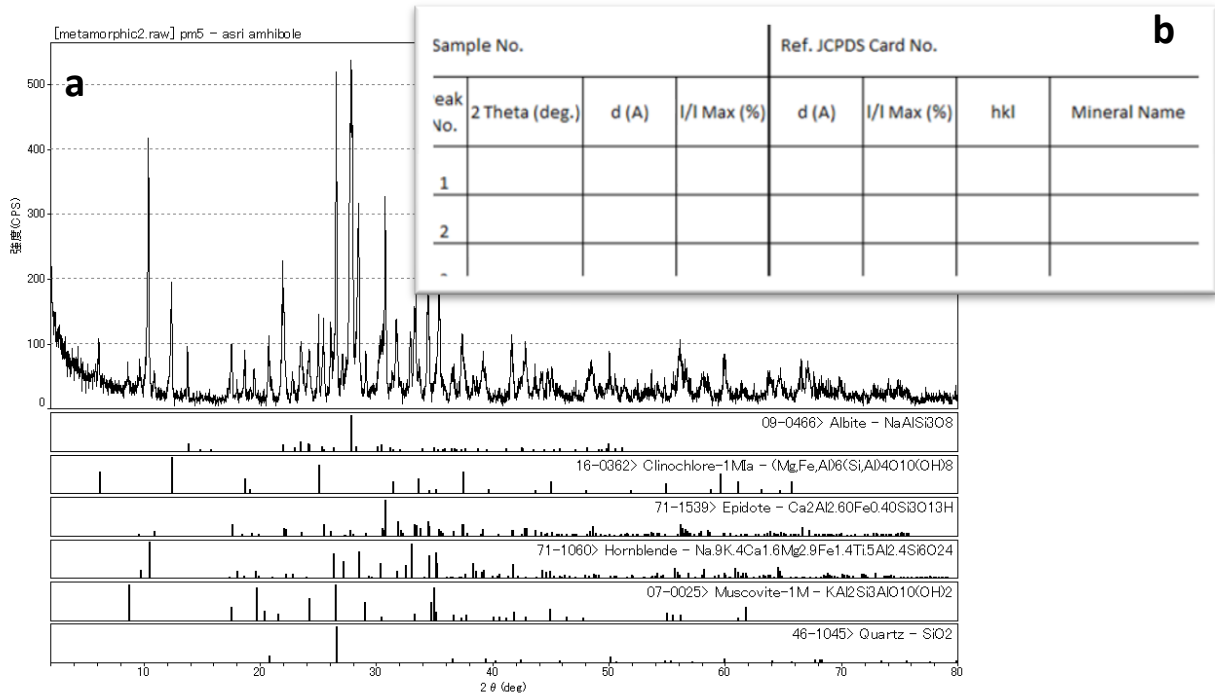
- *Powdering and Sieving:* *Whole rock* sampel di bikin dalam bentuk bubuk dan di ayak pada ukuran  $<1/256$  mm.
- *Pressing:* Sampel dimasukkan di dalam sampel holder kemudian di press atau disapu dengan gelas preparat. Diameter hole 20 mm dan ketebalan sampel 2 mm.



Gambar 2. Contoh preparasi sampel untuk *whole rock* atau monomineral didalam sampel holder

## Tahap 2: Perekaman data

Hasil perekaman data XRD dapat secara langsung diketahui pada monitor dengan menggunakan software EVA. Dapat pula di hitung secara manual sebagai pembanding untuk mendapatkan nilai yang maksimal, peak analysis  $2\theta$  sebagai dasar perhitungan dengan membandingkan data kalibrasi USGS.



Gambar 3. Contoh rekaman data *instrument XRD*: a) Perekaman data secara otomatis langsung dari alat, b) Tabel perhitungan data secara manual



## Standard Operating Procedure for X-ray Fluorescence Spectroscopy (XRF)

### Kegunaan *instrument*:

- XRF adalah sebuah *instrument* yang digunakan untuk merekam nilai secara kuantitatif *element* tunggal/*major element* yang terkandung pada mineral/batuan dari semua jenis batuan atau bahan.

### Kondisi ruangan untuk alat SEM:

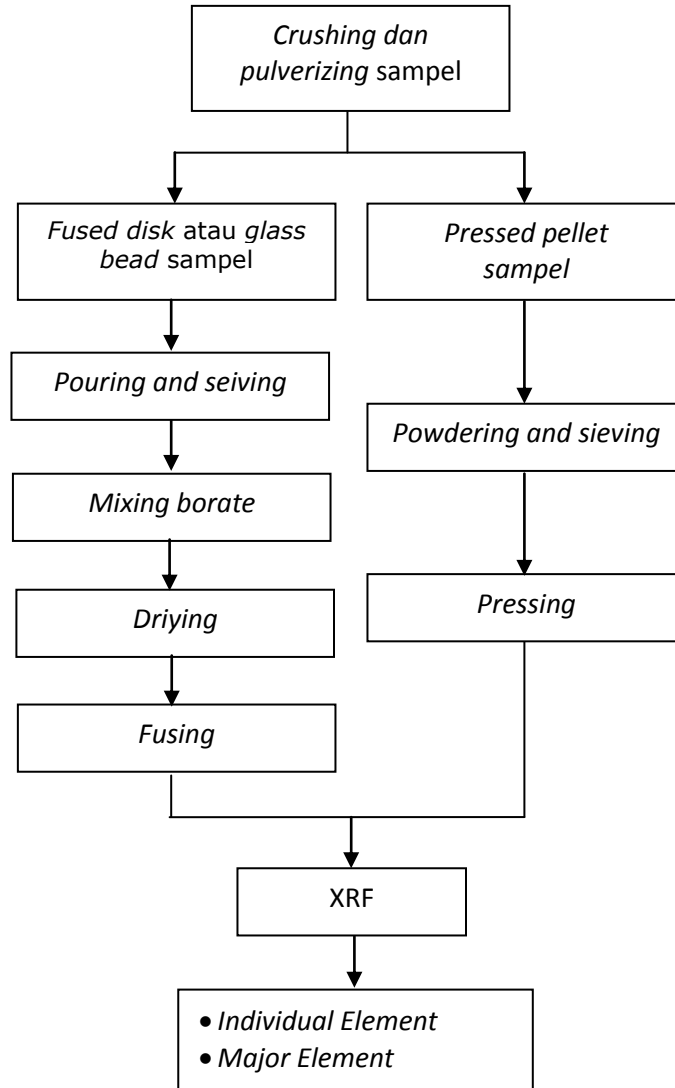
- Temperatur 17 C°-26 C°, pendingin ruangan tidak boleh dimatikan.
- Kelembaban; tidak lebih besar dari 80% dan tidak kurang dari 20%
- Maksimal 5 orang dalam ruangan termasuk operator

### Keamanan (*safety*):

- Harus menggunakan baju laboratorium untuk menghindari terkena larutan kimia
- Menggunakan kaos tangan plastik untuk menghindari kontaminasi
- Menggunakan kaos tangan tahan panas
- Tersedia lampu tanda yang menandakan bahwa *instrument* sedang atau tidak beroperasi

### Alat dan Bahan:

Tahap Kegiatan	Alat	Bahan
Preparasi sampel	<ul style="list-style-type: none"> <li>• <i>Irone mortar</i> atau <i>crusher machine</i></li> <li>• Sieving</li> <li>• <i>Drying oven</i></li> <li>• Seperangkat timbangan digital</li> <li>• Seperangkat alat <i>fusion fluxer machine</i></li> <li>• <i>Platinum crucible dan mould</i></li> <li>• <i>Pressed pellet hydraulic machine</i></li> <li>• <i>Specimen holder</i></li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Alkali flux</li> <li>• Lithium metaborate (LiBO<sub>2</sub>)</li> <li>• Lithium tetra borate (Li<sub>2</sub>B<sub>4</sub>O<sub>7</sub>)</li> <li>• Laruran <i>ethanol/ methanol</i>.</li> <li>• Larutan HCL</li> <li>• Aluminium <i>foil</i></li> <li>• <i>Tissue</i></li> <li>• <i>Glove</i> plastik</li> <li>• <i>Glove</i> anti api</li> <li>• Baju laboratorium standard</li> </ul>
Analysis	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Seperangkat alat X-ray Fluorescence Spectroscopy</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Gas <i>nitrogen</i></li> <li>• Printer</li> <li>• <i>Sample holder</i></li> </ul>



Gambar 1. Tahapan dan alur kerja X-ray Fluorescence Spectroscopy (XRF)

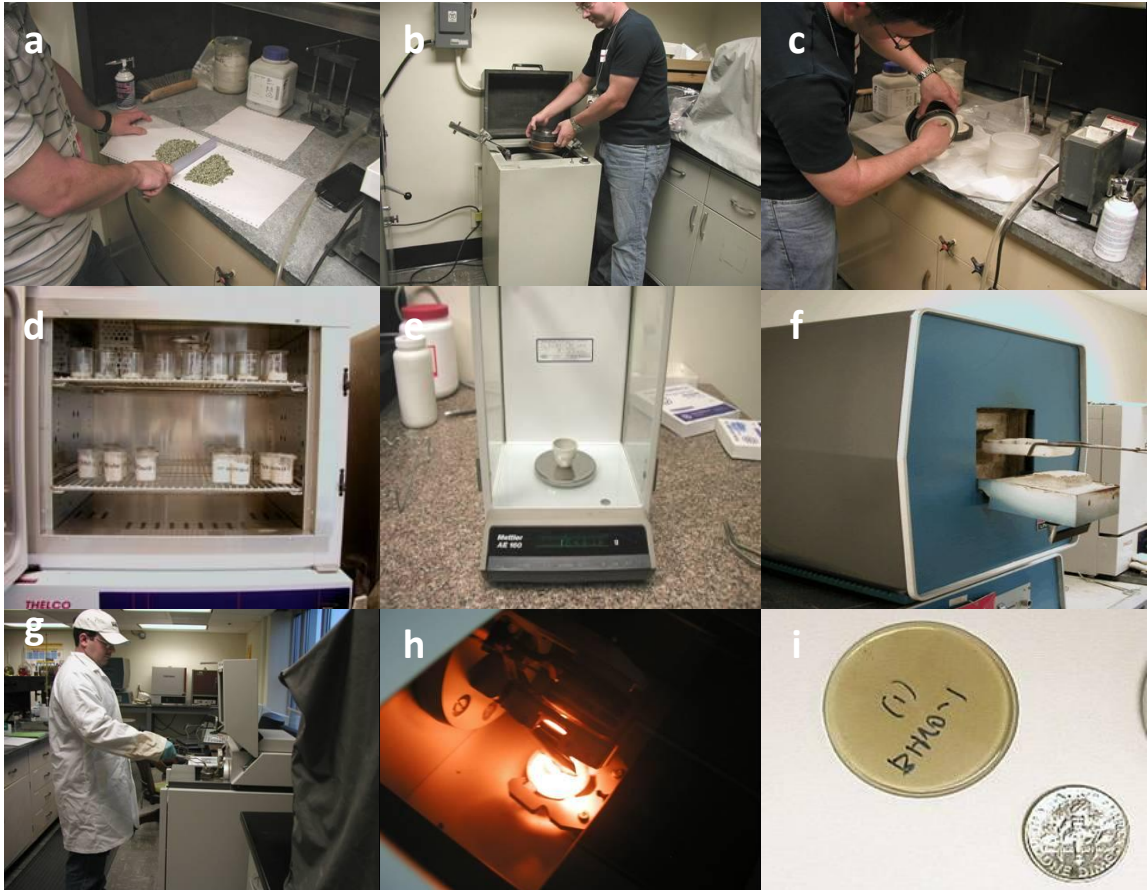
## Prosedur kerja:

### Tahap 1: Preparasi sampel

*Holder* pada *instrument* XRF terdiri atas dua jenis yaitu *glass bead* dan *pressed pellet*.

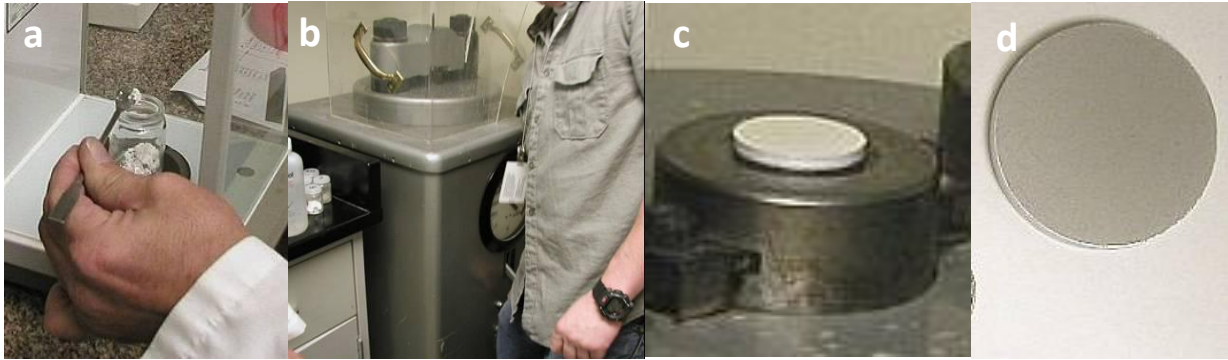
- *Glass bead* (Gambar 2):
  - *Powdering*: Bubuk sampel *whole rock*
  - *Metaborate mixing*: Membuat *alkali flux* dari campuran lithium metaborate ( $\text{LiBO}_2$ ) dan lithium tetra borate ( $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7$ ) dengan rasio of 1 : 4

- *Drying*: Proses pengeringan *whole rock* sampel dipanaskan pada temperatur 1100°C
- *Fusing*: Proses pembuatan *glass bead*, 1.8 g *whole rock* sampel and 3.6 g *alkali flux* dicampur dengan perbandingan (1: 2), campuran dimasukkan kedalam wadah cetakan (*crucible*) kemudian dimasak pada temperatur 1100°C dengan menggunakan *fusion fluxer machine* selama 2 jam.



Gambar 2. Contoh preparasi sampel untuk tipe sampel *glass bead*: a) Pemisahan sampel setelah *crusher*, b) *Powdering* sampel, c) Pengeringan sampel, d) *Mixing alkali flux*, e) Pengeringan sampel, f) Timbangan digital, g) Pengeringan sampel pada suhu 1100°C, h dan i) Sampel dan alkali flux di masak pada suhu 1100°C, g) Contoh sampel *glass bead*.

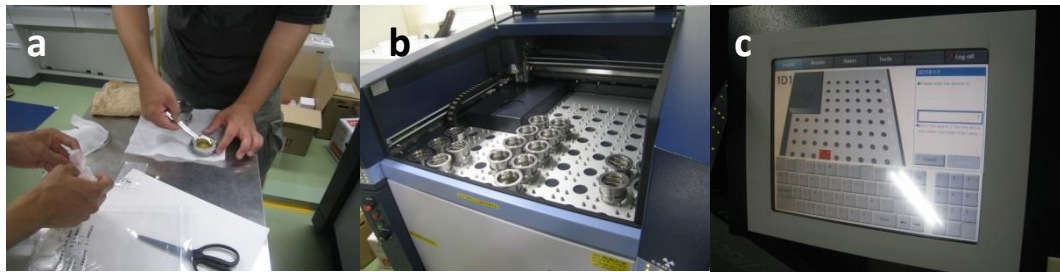
- *Pressed pellet* (Gambar 3):
  - *Powdering and Sieving*: *Whole rock* sampel di bikin dalam bentuk bubuk dan di ayak pada ukuran 0.8 mm.
  - *Pressing*: Sampel dimasukkan di dalam sampel holder kemudian di press di dalam mesin hidrolik.



Gambar 3. Contoh preparasi sampel untuk tipe *pressed pellet*: a) Timbangan digital, b) *Hydraulic presser machine*, d) *Specimen holder*, *pressed pellet* sampel.

### Tahap 2: Perekaman data:

Sampel dimasukkan ke dalam sampel holder secara berurut pada *instrument XRF*, permukaann sampel tidak boleh disentuh dengan tangan untuk menghindari kontaminasi, harus menggunakan kaos tangan plastik dan alat bantu lainnya. Posisi sampel akan terlihat pada layar monitor, labeling dilakukan untuk merekam nomor sampel. Mesin akan merekam nilai unsur mineral atau batuan secara otomatis.



Gambar 4. Proses perekaman *instrument XRF*: a) Proses pemasukan glass bead ke dalam sampel holder XRF, b) Sampel *holder XRF*, c) Monitor XRF yang menunjukkan *progress* perekaman data