

Analisis Kandungan Silikon Dioksida (SiO_2) Pasir Pantai Koka Kabupaten Sikka dengan Metode Ekstraksi

¹Egidius Dewa, ²Rosenti Pasaribu.

Program Studi Pendidikan Fisika, Fakultas Keguruan Dan Ilmu Pendidikan, Universitas Katolik Widya Mandira Kupang
Email: egidiusdewa@gmail.com

Abstrak – Telah dilakukan analisis kekrystalan serbuk silika berbasis pasir pantai Koka (Kabupaten Sikka) yang dihasilkan melalui metode ekstraksi. Untuk mendapatkan serbuk silika dengan kemurnian tinggi, pasir pantai Koka dipisahkan menggunakan magnet permanen secara berulang, dihaluskan dengan cara digerus menggunakan mortar dan direndam dalam HCl 2M selama 12 jam. Komposisi elemen serbuk silika dikarakterisasi menggunakan X-Ray Fluorescence (XRF), sedangkan identifikasi kekrystalan dan komposisinya menggunakan X-Ray Diffractometer (XRD) dan dianalisis menggunakan program *Match!* untuk mengidentifikasi pembentukan fasa dan *Rietica* untuk menginvestigasi kuantifikasi fasa (% berat). Hasil analisis data difraksi menunjukkan bahwa fasa-fasa yang teridentifikasi adalah kuarsa (SiO_2) dan kalsit (CaCO_3). Secara umum, pola difraksi serbuk silikon dioksida didominasi oleh kuarsa dengan komposisi fasa sebesar 97 %wt dan kalsit sebesar 3 %wt. Hasil tersebut telah dikonfirmasi melalui data uji XRF yang menunjukkan bahwa silika (SiO_2) memiliki komposisi elemen tertinggi sebesar 91,18%.

Kata kunci: pasir silika, metode ekstraksi, data difraksi sinar-X

Abstract – The crystallinity analysis of Koka sand-based silica sand (Sikka Regency) has been carried out through extraction methods. Koka sand was separated using permanent magnets repeatedly to obtain high purity silica powder. The sand was then crushed by grinding it using a mortar and soaked in 2M HCl for 12 hours. The composition of silica powder elements was characterized using X-Ray Fluorescence (XRF). The crystallization and composition were identified using X-ray Diffractometer (XRD) and analyzed using *Match! 2* program to identify phase formation, and *Rietica* to investigate phase quantification (weight%). The diffraction data analysis results showed that the identified phases signified quartz (SiO_2) and calcite (CaCO_3). In general, the diffraction pattern of silicon dioxide powder is dominated by quartz with a crystal composition of 97% wt and calcite of 3% wt. These results have been confirmed through XRF test data, which shows that silica (SiO_2) has the highest elemental composition of 91.18%.

Keywords: silica sand, extraction method, X-ray diffraction data

I. PENDAHULUAN

Provinsi Nusa Tenggara Timur (NTT) merupakan provinsi kepulauan dengan garis pantai mencapai 5.700 km serta lebih dari 1.192 pulau. Kondisi ini menjadikan NTT sebagai salah satu provinsi dengan sebaran pasir silika terbesar di Indonesia. Salah satu daerah dengan sebaran pasir silika terbesar di NTT adalah pantai Koka Kabupaten Sikka, Pulau Flores [1]. Keberadaan pasir yang terdistribusi secara luas serta jumlahnya melimpah di NTT menjadi daya tarik secara ekonomi. Tetapi kekayaan alam tersebut belum diolah dan dimanfaatkan secara optimal. Untuk itu, perlu adanya suatu terobosan baru dalam pemanfaatannya guna meningkatkan nilai tambah pasir silika.

Beberapa studi tentang analisis kandungan silika berbasis pasir pantai di kepulauan NTT telah dilakukan, diantaranya Pingak dkk [1] menganalisis kandungan silika dari pasir pantai Tablolong (Pulau Timor) dan pantai Koka (Pulau Flores), Dewa dan Keraf [2] mengekstraksi silika dari pasir pantai Kolbano (Pulau Timor), Naat [3] berhasil mensintesis silika dengan kemurnian tinggi dari pasir Takari (Pulau Timor).

Pasir silika juga dikenal dengan nama pasir putih memiliki kandungan SiO_2 dengan kemurnian tinggi sebagaimana telah dilaporkan oleh peneliti sebelumnya,

yaitu [4] dan [5]. Beberapa tahun terakhir pemanfaatan pasir silika sebagai bahan baku komposit keramik khususnya sebagai bahan baku pembuatan seal fuel cell telah banyak dilakukan dan merupakan kajian yang menarik serta memberi nilai tambah pasir silika.

Ekstraksi SiO_2 yang diperoleh dari pasir silika biasanya dilakukan dengan pencucian dan pengayakan, metode kopresipitasi [6], [7]. Penelitian lain yang dilakukan oleh Silvia [8], Dewa dkk [4], Musyarofah dkk [5] mengekstraksi SiO_2 menggunakan *hydrochloric acid* (HCl) 2M dan dilakukan perendaman selama 12 jam sehingga unsur pengotor seperti Ca larut dalam larutan HCl. Selain itu, penelitian-penelitian tersebut menggunakan magnet permanen untuk mengurangi kadar Fe yang terdapat dalam pasir silika.

Pasir silika dari pantai Koka diekstraksi menggunakan magnet permanen secara berulang sebelum dan setelah pasir silika dihaluskan dengan cara digerus menggunakan mortar untuk mendapatkan silika (SiO_2) dengan kemurnian tinggi.

Salah satu karakterisasi yang dilakukan adalah pengujian menggunakan difraktometer sinar-X [9]. Analisis yang digunakan dalam penelitian ini adalah analisis kualitatif, yaitu identifikasi fasa dan analisis kuantitatif yaitu menggunakan perangkat lunak *Rietica* yang berbasis pada

penghalusan Rietveld (*Rietveld Refinement*) dijalankan untuk menginvestigasi struktur kristal, sekaligus kuantifikasi fasa dalam % berat ataupun % volume [10]. Dari uraian singkat di atas, maka penulis memandang pentingnya studi ini, terutama berkaitan dengan analisis fasa kristalin yang terkandung di dalam serbuk silika hasil ekstraksi pasir silika pantai Koka, Kab. Sikka, NTT.

II. LANDASAN TEORI

A. Pasir Silika dan SiO_2

Pasir yang banyak mengandung silika disebut pasir silika atau pasir kuarsa. Pasir silika sering juga dikenal dengan nama pasir putih merupakan hasil pelapukan batuan yang mengandung mineral utama, seperti silikon dioksida dan felspar. Pasir silika pada umumnya mengandung senyawa pengotor (*impurities*) seperti oksida besi, oksida kalsium, oksida alkali, oksida magnesium, lempung dan zat organik hasil pelapukan sisa-sisa hewan dan tumbuhan [4]. Silika dalam senyawa kimia disebut silikon dioksida dengan rumus kimia SiO_2 merupakan campuran heterogen, yang memiliki sifat menarik pada ukuran dan keadaan yang berbeda [11], [12].

Mahapatra dan Lu [13] menjelaskan bahwa silika memiliki beberapa bentuk kristal yang berbeda selain bentuk amorf. Tiga bentuk fasa kristal polimorfi silika yang paling dominan yaitu kuarsa, tridimit, dan kristobalit. Kuarsa adalah mineral utama dari silika yang mempunyai struktur atom tetrahedral, dimana satu atom silikon dikelilingi oleh empat atom oksigen. Fasa pada temperatur rendah dari silika adalah kuarsa, fasa pada temperatur menengah adalah tridimit dan fasa pada temperatur tinggi adalah kristobalit. Kristobalit dan tridimit mungkin merupakan fasa metastabil pada temperatur ruang sedangkan kuarsa kemungkinan pada temperatur tinggi sebagai fasa metastabil. Persebaran pasir silika di NTT yaitu sepanjang pantai Koka Kabupaten Sikka.

B. Difraksi Sinar-X

Difraksi Sinar-X merupakan salah satu metode karakterisasi standar yang digunakan untuk mengidentifikasi fasa-fasa yang ada pada sebuah material. Setiap senyawa atau unsur yang berstruktur kristal tertentu akan memiliki pola difraksi tertentu juga, sehingga struktur suatu zat dapat diperkirakan berdasarkan pola difraksinya. Pola difraksi yang diperoleh memuat beberapa informasi di antaranya [10]; a). Jumlah keadaan relatif dan prosen fasa kristalin dalam sampel; b). Ukuran dan bentuk unit sel kristalin dari berbagai fasa. Simetri dalam susunan atomik dalam berbagai fasa (*space group*); c). Penempatan atom terutama dalam unit sel (termasuk substitusi parsial dalam larutan padat); d). Ketidaksempurnaan kristal seperti ukuran partikel dan cacat kisi (dislokasi dan kesalahan umum).

Difraksi sinar-X merupakan metode karakterisasi bahan dengan preparasi sampel yang relatif mudah dan proses pengujian yang cepat. Pola puncak difraksi sinar-X dapat digunakan untuk mengetahui struktur material dengan mengukur besarnya intensitas yang dipancarkan. Perubahan lebar puncak atau posisi dapat digunakan menentukan ukuran kristal, kemurnaan dan susunan kristal. Selain itu juga dapat dimanfaatkan untuk mengetahui jenis atom dalam kristal, jenis cacat, orientasi dan ukuran butir. Metode ini dapat digunakan untuk mengetahui fasa yang terdapat dalam sampel dengan cara membandingkan dengan fasa yang ada di dalam CPDS atau dengan membandingkan pola difraksi

bubuk standar yang sudah diketahui. Tata cara ini dikenal dengan *search match!*.

C. Match! (*Analisis Kualitatif*)

Pola difraksi yang diperoleh dari difraksi sinar-X menggambarkan kristalinitas material yang diuji. Dari pola difraksi tersebut dapat diperkirakan ada tidaknya fasa kristal dan/atau fasa amorf. Sedangkan untuk menentukan fasa apa saja yang terdapat pada material dilakukan identifikasi fasa menggunakan perangkat lunak *Match!*. Proses identifikasi fasa didasarkan pada pencocokan data posisi-posisi puncak difraksi terukur dengan basis data (*database*), misalnya dalam bentuk kartu PDF (*Powder Diffraction File*).

Langkah-langkah dalam mengidentifikasi fasa dengan menggunakan perangkat lunak *Match!*, terdiri dari: *Peak Search* yaitu menemukan posisi-posisi puncak yang dinyatakan dalam sudut 2θ dan intensitas. *Peak search* bisa dilakukan untuk menghilangkan puncak-puncak yang seharusnya tidak menunjukkan puncak atau menambah puncak jika pada posisi tersebut seharusnya ada puncak. Selanjutnya dilakukan *search match* (pencocokan terhadap basis data). *Search march* dapat dilakukan dengan cara manual maupun cara berbasis computer [10].

D. Metode Rietveld (*Analisis Kuantitatif*)

Metode Rietveld pertama kali disusun oleh H.M. Rietveld [14] dan digunakan untuk mempelajari struktur kristal dari campuran uranium oksida [10]. Metode Rietveld dapat juga digunakan untuk mengamati dan menganalisis data dari pola difraksi polikristalin, terutama ketika terjadi overlap pada pola difraksi. Metode yang digunakan dalam analisis ini adalah metode kuadrat terkecil (*least-squares*) yaitu mencocokkan/menghaluskan pola difraksi terhitung (model) dengan pola difraksi terukur menggunakan perangkat lunak *Rietica* [15].

Perubahan-perubahan parameter pada proses penghalusan bertujuan untuk mengurangi nilai dari selisih kuadrat intensitas. Secara matematis nilai selisih kuadrat s dicapai menggunakan algoritma Newton-Raphson [15]. Kecocokan dua kurva (pola model dan pola terukur) yang dapat diterima meliputi tiga karakter dasar pola difraksi, yaitu tinggi, posisi, lebar dan bentuk puncak difraksi. Posisi puncak difraksi berhubungan dengan parameter kisi, asimetri dan parameter instrumen, seperti pergeseran spesimen dan kesalahan 2θ . Tinggi puncak adalah pengaruh dari parameter faktor skala, parameter termal, asimetri dan preferred orientation. Lebar dan bentuk puncak dipengaruhi oleh parameter bentuk puncak (U , V , W dan Γ) dan asimetri [15].

Parameter keluaran hasil refinement dapat dimanfaatkan untuk menghitung komposisi masing-masing fasa dari sampel yang diuji. Metode yang digunakan untuk mengalisis komposisi fasa adalah metode 'ZMV' relatif melalui persamaan [15]:

$$W_i = \frac{s_i(ZMV)_i}{\sum_{k=1}^n s_k(ZMV)_k} \quad (1)$$

dengan W_i , fraksi berat relatif fasa i (%), s faktor skala Rietveld, Z adalah rumus kimia dalam sel satuan, M adalah berat fasa dan V adalah volum sel satuan. Parameter kesesuaian *figures-of-merit* (FoM) yang dipakai dalam penghalusan Rietveld [15]:

1. Faktor profil (R_p):

$$R_p = \frac{\sum_i |y_i - y_{ic}|^2}{\sum_i y_i} \quad (2)$$

2. Faktor profil terbobot (R_{wp}):

$$R_{wp} = \left[\frac{\sum_i w_i |y_i - y_{ic}|^2}{\sum_i w_i y_i^2} \right]^{\frac{1}{2}} \quad (3)$$

3. Indeks *goodness-of-fit* (GoF) atau biasa dilambangkan dengan χ :

$$GoF = \left[\frac{R_{wp}}{R_{exp}} \right] \quad (4)$$

dengan

$$R_{exp} = \left[\frac{N-P}{\sum_i w_i y_i^2} \right] \quad (5)$$

N menyatakan jumlah titik data, sedangkan P jumlah parameter yang dipakai dalam penghalusan Rietveld.

III. METODE PENELITIAN

Pasir silika atau pasir putih diambil dari pantai Koka, Kabupaten Sikka (PK), kemudian dicuci dengan aquades agar pengotor yang tampak secara kasat mata dapat dihilangkan, kemudian disaring dan dikeringkan pada temperatur 80 °C selama 24 jam. Pasir silika yang telah kering kemudian dipisahkan unsur-unsur pengotor seperti Fe dengan menggunakan magnet permanen secara berulang. Setelah itu, pasir silika dihaluskan dengan menggunakan mortar selama 1 jam, kemudian diayak dengan menggunakan ayakan 120 mesh untuk menghomogenkan ukuran partikelnya. Serbuk pasir silika kemudian dipisahkan kembali unsur-unsur pengotor yang mungkin terjebak dalam butiran silika menggunakan magnet permanen secara berulang. Serbuk pasir silika kemudian dilarutkan dalam HCl 2M dengan perbandingan 1:30 dan diaduk selama 30 menit kemudian direndam selama 12 jam. Endapan serbuk pasir silika disaring dan dinetralsir dengan aquades untuk menghilangkan kadar asam pada sampel tersebut sampai pH ±7. Endapan yang terbentuk selanjutnya dikeringkan dengan temperatur 80 °C selama 24 jam untuk menghilangkan kadar airnya. Setelah itu, dilakukan pengujian XRF untuk mengetahui unsur-unsur dominan yang terdapat dalam pasir silika dan XRD untuk identifikasi dan analisis komposisi fasa yang ada pada serbuk silika.

IV. HASIL DAN PEMBAHASAN

Berdasarkan hasil uji XRF seperti pada Tabel 1 menunjukkan bahwa pasir silika yang diperoleh dari pantai Koka Kabupaten Sikka sebelum dipreparasi (PK_{awal}) mengandung sejumlah unsur dominan yaitu silika (Si) dengan kandungan unsur sebesar 69,97%, kandungan unsur kalsium (Ca) sebesar 21,99%, kandungan unsur besi (Fe) sebesar 4,54% dan unsur Titanium (Ti) dengan kandungan unsur sebesar 2,44%. Data hasil uji XRF sampel PK_{awal} menunjukkan bahwa Si dan Ca memiliki kandungan unsur yang cukup tinggi dibandingkan dengan unsur-unsur lainnya. Hal ini menyebabkan warna pasir pantai Koka dominan putih dan berkilau yang nampak seperti pada Gambar 1.

Tabel 1. Hasil Pengujian XRF Pasir Pantai Koka, Kabupaten Sikka

Sampel	Persentase Unsur (%)				
	Si	Ca	Fe	Ti	Lainnya
PK_{awal}	69,97	21,99	4,54	2,44	1,06
PK_{akhir}	91,18	3,30	1,53	1,10	2,89

Hasil uji XRF sampel (PK_{akhir}) serbuk silika setelah melewati proses ekstraksi seperti pada Tabel 1 dapat dikatakan bahwa unsur Si mengalami peningkatan

kandungan unsur sebesar 91,18% yang diikuti dengan menurunnya kadar unsur Ca secara drastis yaitu sebesar 3,30%. Meningkatnya kadar unsur Si pada sampel PK_{akhir} menyebabkan terjadinya perubahan warna pada serbuk silika hasil ekstraksi yaitu memiliki warna putih, kuning kecoklatan seperti pada Gambar 1. Peningkatan kandungan unsur Si pada sampel PK_{akhir} menunjukkan bahwa proses purifikasi menggunakan metode ekstraksi (pemisahan) cukup efektif dalam penelitian ini.

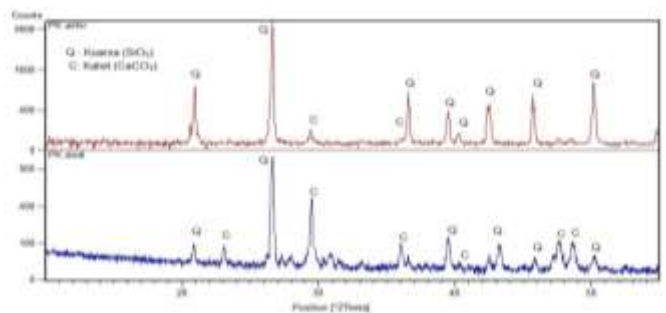
Gambar 2 menunjukkan pola difraksi sinar-X pasir silika pantai Koka (PK_{awal}) dan serbuk silika (PK_{akhir}) setelah melewati proses penghalusan dan perendaman dengan HCl 2M melalui metode ekstraksi berhasil mengkonfirmasi keberadaan unsur Si dan Ca yang terkandung dalam kedua sampel tersebut sesuai data uji XRF. Analisis kualitatif data difraksi sinar-X kedua sampel menggunakan perangkat lunak *Match!* menunjukkan bahwa fasa yang teridentifikasi pada pasir silika sebelum diekstraksi dan serbuk silika setelah diekstraksi adalah kuarsa (SiO_2) dengan kode basis-data 00-046-1045 dan kalsit ($CaCO_3$) dengan kode basis-data 00-086-2339.

Selanjutnya dilakukan analisis secara kuantitatif untuk menginvestigasi kuantifikasi fasa dengan metode penghalusan *Rietveld* menggunakan perangkat lunak *Rietica*. Metode penghalusan ini diawali dengan pembuatan pola difraksi terhitung yang disebut model merupakan data kristalografi yang sesuai dengan hasil identifikasi fasa sampel pada analisis kualitatif. Pola difraksi terhitung (model) fasa-fasa tersebut adalah kuarsa, kalsit.

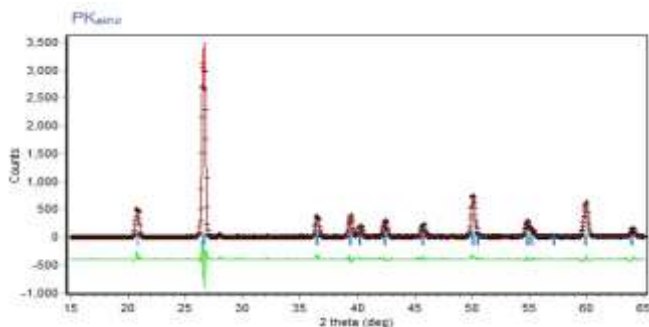
Hasil penghalusan *Rietveld* dinyatakan diterima dengan baik jika nilai parameter kesesuaian (*Figures-of-Merit*) dengan nilai Gof (*Goodness-of-fit*) < 4% dan 20% untuk R_p , R_{wp} dan R_{exp} [16]. Berdasarkan data pada Tabel 2 dapat dilaporkan bahwa nilai parameter kesesuaian hasil penghalusan Rietveld dinyatakan tuntas dan dapat diterima. Plot selisih antara pola terhitung (model) dengan pola terukur (data) hasil penghalusan Rietveld nampak tidak berfluktuasi seperti pada Gambar 3.



Gambar 1. Perubahan warna pada pasir Pantai Koka sebelum diekstraksi (kiri) dan serbuk silika setelah proses ekstraksi (kanan)



Gambar 2. Pola difraksi sinar-X pasir silika pantai Koka (PK_{awal}) dan serbuk silika (PK_{akhir})



Gambar 3 Contoh tampilan plot hasil penghalusan (*Rietveld Refinement*) data difraksi sinar-X serbuk silika (PK_{akhir}) setelah diekstraksi

Pola difraksi terukur digambarkan dengan tanda (++++) berwarna hitam, pola difraksi terhitung digambarkan dengan garis lurus berwarna merah. Plot selisih antara pola difraksi data terhitung dengan pola difraksi data terukur digambarkan dengan garis lurus berwarna hijau. Garis-garis tegak berwarna biru menyatakan posisi puncak dan arah orientasi kristal fasa-fasa yang terkandung dalam serbuk silika. Berdasarkan hasil analisis kuantitatif data difraksi sinar-X sampel PK_{akhir} menggunakan perangkat lunak Rietica, dapat dilaporkan bahwa pada serbuk silika setelah diekstraksi ditemukan komposisi fasa kuarsa sebesar 97 % wt dan fasa kalsit dengan komposisi fasa sebesar 3 % wt.

Tabel 2. Parameter luaran penghalusan Rietveld pola difraksi serbuk silika (PK_{akhir})

Sampel	FoM (%)	Identifikasi Fasa	Fraksi Berat (%wt)	Densitas (g.cm ³)
PK _{akhir}	Gof	SiO ₂	97	3,863
	Rp			
	Rwp	TiO ₂	3	4,315
	Rexp			

V. KESIMPULAN

Metode ekstraksi terbukti dapat digunakan untuk menghasilkan silika kemurnian tinggi dengan kandungan unsur silika (Si) > 90%. Hasil analisis kualitatif dan kuantitatif data difraksi sinar-X menunjukkan bahwa serbuk silika dari pasir pantai Koka mengandung fasa kuarsa (SiO₂) sebesar 93%, namun masih ditemukan fasa sekunder yaitu (TiO₂) dengan komposisi fasa sebesar 3%.

UCAPAN TERIMA KASIH

Ucapan terima kasih disampaikan kepada Kementerian Riset, Teknologi, Dan Pendidikan Tinggi melalui PPK DRPM yang telah mendukung sebagian pendanaan riset ini melalui Program Hibah Dikti skema PDP tahun 2019 nomor Kontrak 0915/L8/KM/2019 yang diberikan kepada ED dan RP.

PUSTAKA

[1] R. K. Pingak, A. Z. Johannes, and L. A. S. Lapono, Analisis Potensi Pasir Tablolong Dan Pasir Koka Sebagai Sumber Silika Menggunakan Uji XRF Dan XRD, *Jurnal Fisika Sains dan Aplikasinya*, vol. 3, no. 2, 2018, pp. 132–136.

[2] E. Dewa and F. Keraf, Analisis Rietveld Data Difraksi Silikon Dioksida (SiO₂) Pasir Kolbano Hasil Sintesis Dengan Metode Ekstraksi,” in *Seminar Nasional Pendidikan IPA*, 2016, pp. 148–159.

[3] J.J. Naat, Studi pelarut Kalium Hidroksida (KOH) dan Natrium Hidroksida (NaOH) pada ekstraksi silika dari pasir alam Takari menggunakan metode co-precipitation. *Jurnal Media Sains*, vol.14, no.2, 2015, pp. 257-264.

[4] E. Dewa, Musyarofah, Nurbaiti, U., Triwikantoro, Firdaus, S., S. Pratapa, Enhancing the Value of Local Silica Sand from Bancar as a Fuel-Cell Sealing Material. *Advanced Materials Research*, vol. 1112, 2015, pp. 262-265.

[5] Musyarofah, Nurbaiti, U., E. Dewa, Triwikantoro, Mashuri, Firdaus, S., S. Pratapa, Use of Natural Silica Sand as A Component for Prospective Fuel Cell Sealing Materials. *Advanced Materials Research*, vol.1123, 2015, pp. 383-386.

[6] M. E. Purbarani dan S. Pratapa, Analisis Rietveld Data Difraksi Kristobalit Hasil Sintesis dengan Metode Kopresipitasi. *Jurnal Sains Dan Seni Pomits*, vol.3, 2014, pp. 2337-2340.

[7] Munasir, Triwikantoro, M. Zainuri, and Darminto, Synthesis of SiO₂ nanopowders containing quartz and cristobalite phases from silica sands, *Materials Science-Poland*, vol. 33, no. 1, 2015, pp. 47–55.

[8] L. Silvia, *Pelapisan Komposit PANI/BaM-SiO2 Berbasis Material Alam Sebagai Penyerap Gelombang Mikro Dan Pelapis Anti Korosi Pada Baja Grade A Tipe AH36*. Institut Teknologi Sepuluh Nopember, 2013.

[9] Y. Leng, *Materials Characterization: Introduction to Microscopic and Spectroscopic Methods Second Edition*. Germany: Wiley-VCH Verlag GmbH & Co.KGAA, 2013.

[10] S. Pratapa, *Analisis Data Difraksi Menggunakan Metode Rietveld*, Institut Teknologi Sepuluh Nopember, 2009.

[11] M. Yang, W. Ge and Y. Zhenzhong, Synthesis of Hollow Spheres with Mesoporous Silica Nanoparticles Shell. *Materials Chemistry and Physics*, vol.111, 2008, pp. 5-8.

[12] S.V. Vassilev, B. David, K. A. Lars, G. V. Christina and J. M. Trevor, An Overview of the Organic and Inorganic Phase Composition of Biomass, *Fuel* vol. 94, 2012, pp. 1-33.

[13] M.K. Mahapatra and K. Lu, Glass-Based Seals for Solid Oxide Fuel and Electrolyzer Cells-A Review. *Materials Science and Engineering*, vol. 67, 2010, pp. 65-85.

[14] H.M. Rietveld, A Profile Refinement Method for Nuclear and Magnetic Structures. *Journal of Applied Crystallography*, vol.2, 1969, pp. 65-71

[15] B. A. Hunter, Rietica - a Visual Rietveld Program, in *AINSE Symposium on Neutron Scattering Powder Diffraction; Australian Neutron Beam users group meeting*, vol. 31, 2000.

[16] E. H. Kisi, Rietveld analysis of powder diffraction patterns, *Mater. Forum*, vol. 26, 1994, pp. 135–155.