

# KARAKTERISTIK MATERIAL LOGAM 10 CENT HONGKONG DENGAN METODE XRD

Sri Wuryanti

Jurusan Teknik Konversi Energi - Politeknik Negeri Bandung

E-mail:sriwuryanti.lamda@gmail.com

## Abstrak

*Karakteristik material bertujuan untuk bisa memahami dan memanfaatkan material dengan optimal yakni mengetahui dengan jelas struktur mikro maupun struktur makro dari material tersebut. Untuk mendapatkan informasi tentang struktur mikro salah satunya dapat dilakukan dengan metode analitik karakterisasi material menggunakan metode X-ray Diffraction (XRD) untuk memodelkan jenis senyawa, prosentase senyawa dan karakteristik kristalografinya. Setelah diperoleh data-data, dilakukan pengolahan data hasil pengujian dengan software database pendukung Automatic Powder Diffraction (APD) untuk melakukan fitting dari pola difraksi yang dihasilkan oleh XRD. PC-PDFWIN merupakan software database crystal yang terdapat pada International Crystal Diffraction Data (ICDD), serta Match V1.9 yang merupakan software database crystal yang terdapat pada IUCr/COD/AMCSD. Untuk menentukan phasa atau senyawa yang terkandung dalam material secara tepat dilakukan analisa dengan GSAS+EXPGUI sebagai software analisis yang lebih akurat. Dari hasil pengujian diperoleh komposisi logam 10 cent Hongkong mengandung unsur Cu dan Zn.*

*Kata Kunci:* APD, XRD, PC-PDWIN, Match V1.9

## PENDAHULUAN

Sekitar 95% dari semua bahan padatan dapat dideskripsikan sebagai kristalin. Ketika sinar-X berinteraksi dengan senyawa kristalin (fasa), maka akan didapatkan pola difraksi. Sinar-X yang jatuh pada permukaan bidang kristal suatu material akan dihamburkan sesuai dengan komposisi atau jenis kristal tersebut. Pola hamburan (difraksi) sinar-X merupakan karakteristik masing-masing senyawa yang tidak tergantung satu sama lain. Panjang gelombang sinar-X yang digunakan untuk *X-ray Diffraction* (XRD) berkisar antara 0,5 – 2,5 Å.

Sinar X merupakan sinar hasil tumbukan antara elektron kecepatan tinggi yang dibangkitkan oleh filamen tusten dengan logam target. Logam target umumnya memakai kobalt dan tembaga. Komponen utama XRD, yaitu :

- Sumber elektron (katoda) berupa filamen tungsten
- Tegangan tinggi untuk mempercepat electron
- Logam target (anoda), logam umumnya terbuat tembaga atau kobalt.

Hasil difraksi akan menggambarkan pola difraksi yang berupa spektrum karakteristik suatu sampel kristalin. Untuk menentukan phasa atau senyawa yang terkandung dalam

material secara tepat dilakukan analisa dengan GSAS+EXPGUI. Untuk menjalankan program GSAS diperlukan beberapa tahapan dan software antara lain :

- Perkirakan senyawa yang terkandung di dalam sampel
- Space group dari kristal dan parameter kisi
- Posisi atom dari kristal
- Software program konversi Bella V2\_12
- Software GSAS + EXPGUI

## METODE PENELITIAN

### a. Persiapkan sampel koin

Cuci koin 10 cent Hongkong dengan cairan pembersih ethanol untuk menghindari adanya kontaminasi dengan material lain.

### b. Pengujian sampel koin

- Letakkan sampel koin pada penjepit sampel bed

- Ukur posisi koin tepat pada garis tengah alat ukur sampel standart, apabila posisi sampel terlalu kecil dan tidak dapat dijepit, letakkan sampel pada lilin yang telah tersedia atau pergunakan alat bantu lain seperti kaca sampel.

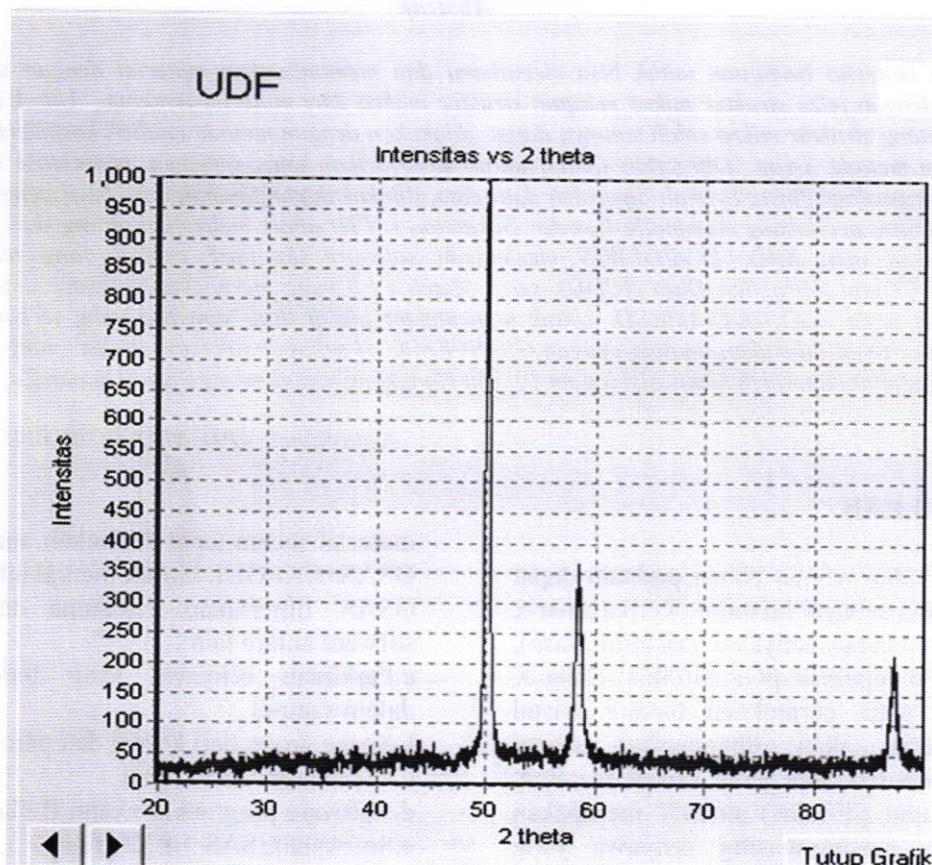
- Kondisi Operasi Start angle ( $^{\circ}2\theta$ ): 20.010 dan End angle ( $^{\circ}2\theta$ ): 89.970

## HASIL DAN PEMBAHASAN

### Analisa XRD (*X-ray diffraction*)

Dari percobaan XRD sampel koin 10 cent Hongkong akan didapatkan hasil pengujian berupa sudut  $2\theta$  dan intensitas dengan puncak

tertinggi berada di sudut  $52.24^\circ$  dan  $77.065^\circ$ , selanjutnya dengan menggunakan *software* Bella V2\_12 data yang dikeluarkan oleh *software* APD pada peralatan XRD Philips PW3710 di reproduksi pola difraksinya seperti terlihat pada grafik 1 dan grafik 2.



Gambar 1 Pola difraksi XRD yg di reproduksi dg software bella V2\_12

### Karakterisasi struktur mikro

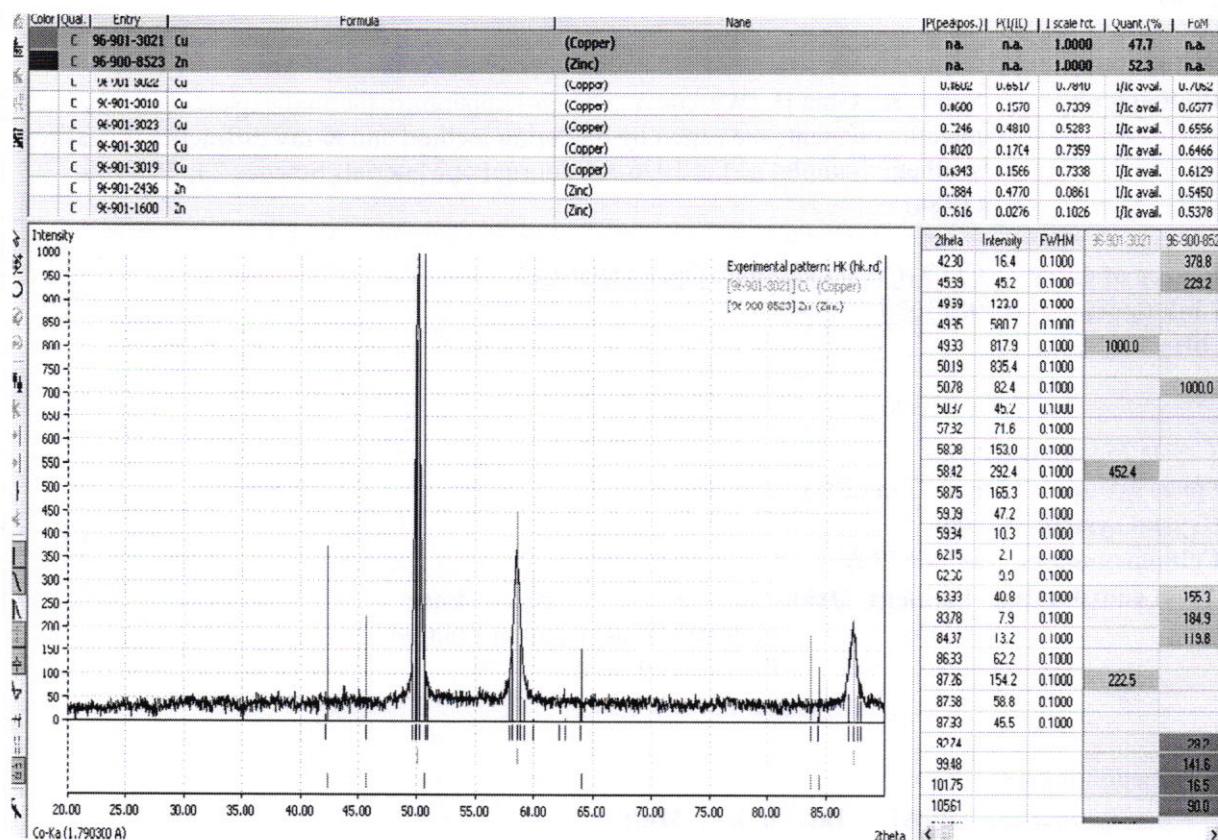
Analisa lebih lanjut untuk mengetahui jenis fasa yang terdapat pada sampel, maka data hasil percobaan XRD dengan file extensi RD dikonversikan ke ekstensi UDF dan UDI dengan menggunakan *software* APD (*Automatic Powder Diffractometer*) yang dikeluarkan oleh Phillips (XRD Manufacture).

Langkah selanjutnya adalah melakukan identifikasi fasa pada kristal beserta parameter kisinya dengan berpedoman pada *d-spacing* hasil pengukuran XRD dengan menggunakan *software* Match versi 1.9. Karena banyaknya data material yang berada di dalam database, maka hasil analisis

dengan XRF yang menghasilkan unsur/element penyusun kristal pada sampel sangat membantu sekali untuk mempersempit pencarian data.

Proses pencocokan antara data XRD dengan data Match digunakan metode Hanawalt, dimana untuk melakukan identifikasi material yang tidak diketahui melalui identifikasi 3 buah intensitas refleksi tertinggi dan menganggap *d-spacing* dari ketiga intensitas sebagai  $d_1$ ,  $d_2$ ,  $d_3$ . Jika ketiga nilai  $d$  dan intensitasnya mendekati dengan nilai intensitas hasil percobaan, maka dapat dilakukan pencocokan pada semua nilai intensitas dan refleksi yang lainnya.

Dengan melihat *peak position* pada pencocokan antara hasil XRD dengan *database* Match maka dapat diperkirakan fasa yang terkandung dalam paduan *solid solution* yang dihasilkan mendekati tabel 96-901-3021 untuk Cu dan 96-900-8523 untuk Zn di dalam gambar seperti snap shot seperti tersebut di bawah.



Gambar 2 Fitting pola difraksi XRD *software* Match V1.9 (Cu) dan Zn

Setelah didapatkan perkiraan jenis fasa yang terkandung di dalam sampel yang disertai juga parameter kisi dan space groupnya dengan bantuan fitting dan pencocokan dengan *database*, maka untuk memastikan apakah fasa yang terkandung di dalam sampel tersebut memang benar serta untuk menentukan fraksi berat masing-masing fasa tersebut maka perlu dilakukan analisis lebih lanjut lagi dengan

menggunakan software GSAS.

Perkiraan senyawa / fasa yang terkandung dalam sampel, space group dan parameter kisi diperoleh dari pencocokan hasil fitting pola difraksi XRD dari sampel dengan Match V1.9, sedangkan posisi atom untuk tiap-tiap fasa yang terkandung dalam sampel diperoleh dari Match seperti tersebut di bawah.

Tabel 1 Tabel struktur mikro Cu (sumber AMCSd)

Entry # 96-901-3021

<b>Name</b>						
<b>Mineral Name</b>	Copper					
<b>Formula</b>	Cu					
<b>I/Ic</b>	11.99					
<b>Sample Name</b>	9013020					
<b>Publication</b>						
<b>Bibliography</b>	Suh I.-K., Ohta H., Waseda Y., "High-temperature thermal expansion of six metallic elements measured by dilatation method and X-ray diffraction Locality: synthetic Sample: at T = 1076 K", Journal of Materials Science <b>23</b> , 757-760 (1988)					
<b>Origin of data</b>						
<b>Source of entry</b>	<a href="#">COD (Crystallography Open Database)</a>					
<b>Link to orig. entry</b>	<a href="#">9013020</a>					
<b>Crystallographic data</b>						
<b>Space group</b>	F m -3 m (225)					
<b>Crystal system</b>	cubic					
<b>Cell parameters</b>	a=3.6670 Å					
<b>Atom coordinates</b>	<b>Element</b>	<b>Oxid.</b>	<b>x</b>	<b>y</b>	<b>z</b>	<b>Bi</b>
	Cu		0.00	0.00	0.00	1.00000
			0	0	0	0
<b>Diffraction lines</b>						
	<b>d [Å]</b>	<b>Int.</b>	<b>h</b>	<b>k</b>	<b>l</b>	<b>Mult.</b>
	2.1171	1000.	1	1	1	8
			0			
	1.8335	452.5	2	0	0	6
	1.2965	222.6	2	0	2	12
	1.1056	232.8	3	1	1	24
	1.0586	66.7	2	2	2	8
<b>Experimental</b>						
<b>Physical Properties</b>						
<b>Calc. density</b>	8.56000 g/cm <sup>3</sup>					

Tabel 2 Tabel struktur mikro Zn (sumber AMCSD)

Entry # 96-900-8523

## Phase classification

## Name

**Mineral Name** Zinc**Formula** Zn**I/Ic** 10.92**Sample Name** 9008522

## Publication

**Bibliography** Wyckoff R. W. G., "Second edition. Interscience Publishers, New York, New York Hexagonal closest packed, hcp, structure", Crystal Structures 1, 7-83 (1963)

## Origin of data

**Source of entry** COD (Crystallography Open Database)**Link to orig. entry** [9008522](#)

## Crystallographic data

**Space group** P 63/m m c (194)**Crystal system** hexagonal**Cell parameters**  $a=2.6648 \text{ \AA}$   $c=4.9467 \text{ \AA}$ **Atom coordinates**

Element	Oxid.	x	y	z	Bi	Focc
Zn		0.3330	0.6670	0.2501	1.000000	1.000000

## Diffraction data

## Diffraction lines

d [Å]	Int.	h	k	l	Mult.
2.4734	378.8	0	0	2	2
2.3078	229.3	1	0	0	6
2.0914	1000.0	1	0	1	12
1.6873	155.3	0	1	2	12
1.3416	185.0	0	1	3	12

## Experimental

## Physical Properties

**Calc. density** 7.13900 g/cm<sup>3</sup>

## GSAS Refinement

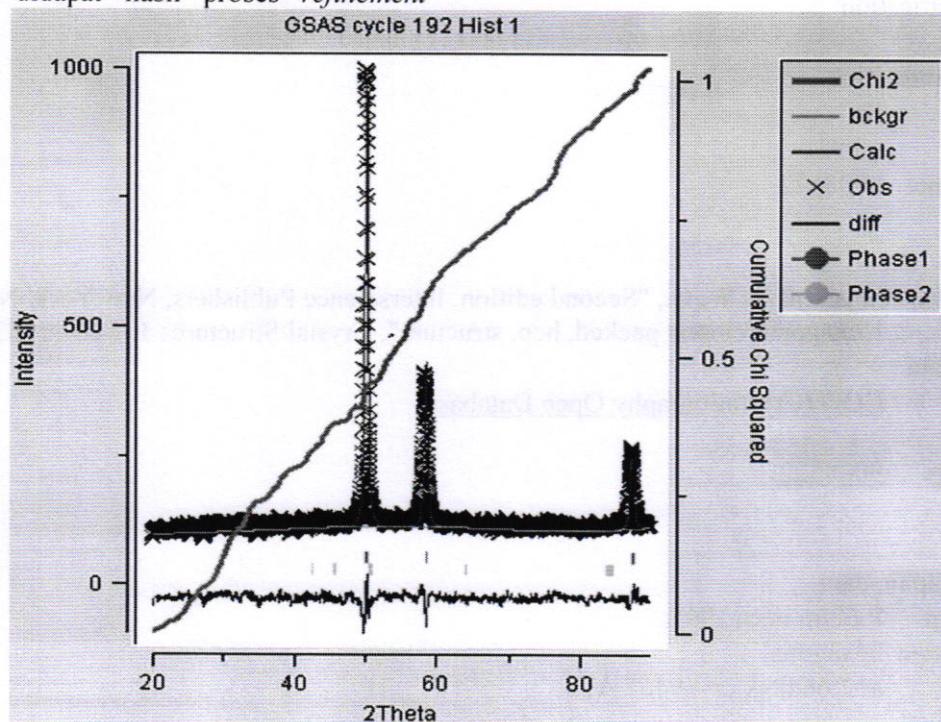
Jika data-data yang diperlukan untuk menjalankan program GSAS sudah tersedia dan telah dilakukan konversi file percobaan XRD dari extension .udf menjadi extension .raw langkah selanjutnya adalah memasukkan data-data yang diperlukan seperti fasa,

elemen, parameter kisi dan posisi atom, dan setelah dimasukkan file percobaan dalam bentuk extension .raw serta instrument file dalam extension .prm, maka langkah selanjutnya adalah interasi dengan powpref, powplot dan genless serta perubahan beberapa parameter yang berada di dalam

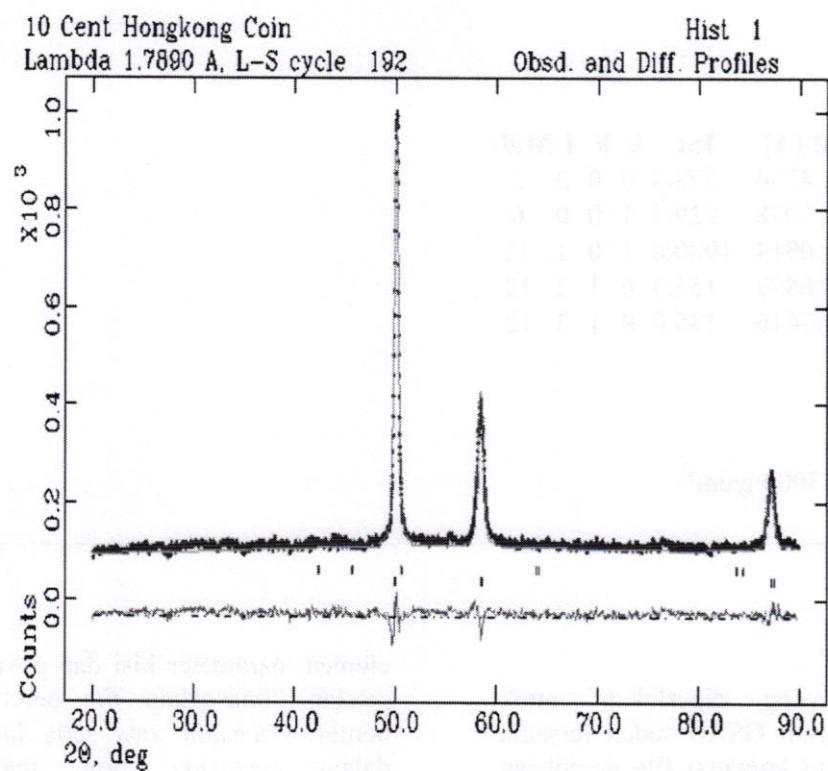
program GSAS untuk mendapatkan hasil interasi yang terbaik.

Setelah melakukan iterasi sebanyak 196 kali didapat hasil proses *refinement*

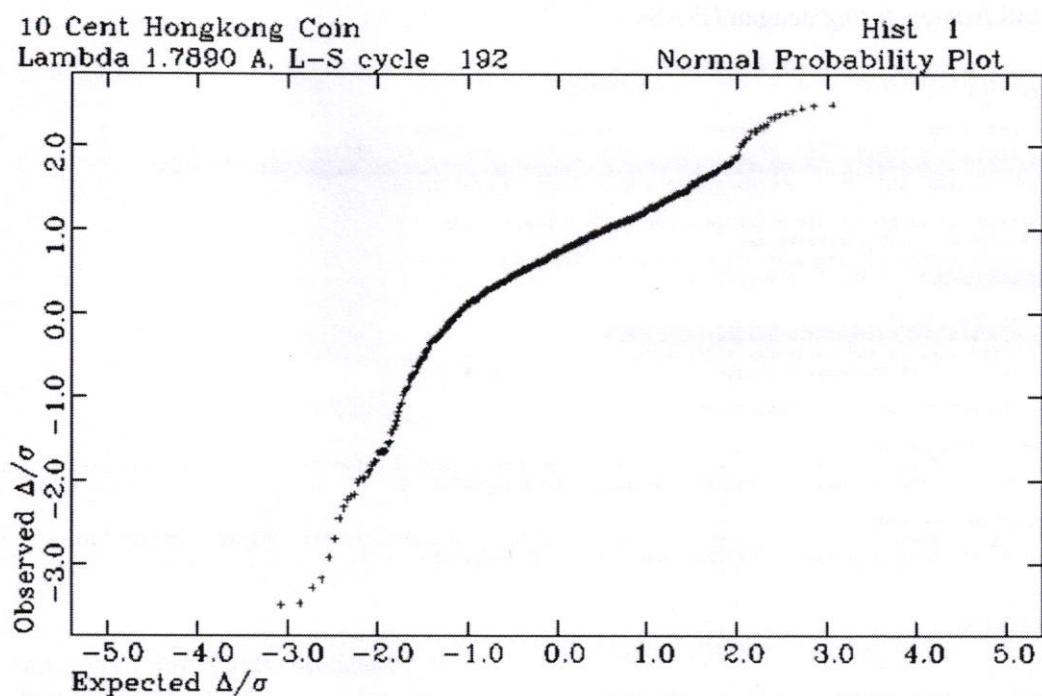
dengan nilai chi-square dan wRp didapatkan nilai Chi<sup>2</sup> = 1,024 dan wRp (weight reduction powder) = 0.0893 (8,93%)



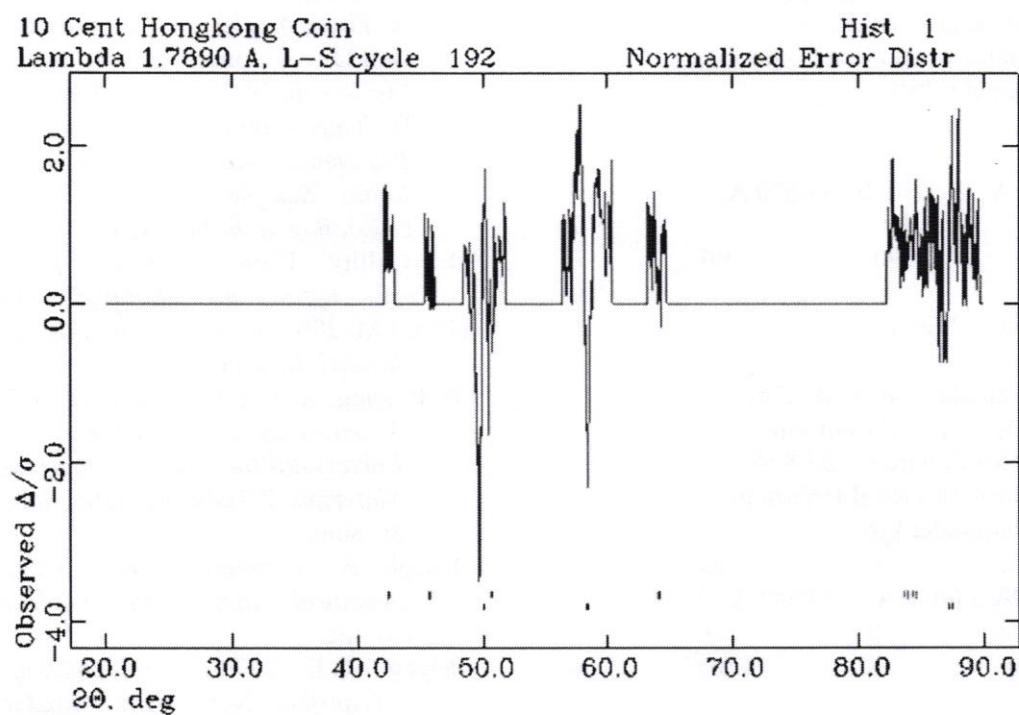
Gambar 3 Profil grafik *liveplot* hasil GSAS



Gambar 4 Profil hasil *fitting* dengan pola difraksi



Gambar 5 Profil grafik probability normal



Gambar 6 Kurva distribusi kesalahan ternormalisasi

Tabel 3 Hasil *listview fitting* dengan GSAS

```

Restraint data statistics:
No restraints used

Powder data statistics
Bank Ndata Sum(w*d**2) Fitted -Bknd pFree Average
Hstgm 1 FxC 1 3495 3577.8 0.0893 0.0782 0.0710 0.0734 0.0000 0.0000 0 0.039 0.983
Powder totals 3495 3577.8 0.0893 0.0782 0.0710 0.0734 0.0000 0.0000 0 0.039

No serial correlation in fit at 90% confidence for 1.895 < Dwd < 2.105
Cycle 192 There were 3495 observations.
Total before-cycle CHI**2 (offset/sig) = 3.5778E+03 ( 1.0145E+00)
Reduced CHI**2 = 1.024 for 2 variables

Reflection data statistics
Histogram 1 Type FxC Noba = 18 R(F**2) = 0.1573
After matrix normalization and Marquardt modification:
Full matrix recip. condition value & -log10 = 0.7163 0.14

The value of the determinant is 9.7268*10.0**(-1)

Atom parameters for phase no. 1
frac x y z 100*Uiso 100*U11 100*U22 100*U33 100*U12 100*U13 100*U23
Calculated unit cell formula weight: 254.184, density: 8.560gm/cm**3

Atom parameters for phase no. 2
frac x y z 100*Uiso 100*U11 100*U22 100*U33 100*U12 100*U13 100*U23
Calculated unit cell formula weight: 392.280, density: 21.413gm/cm**3

```

## KESIMPULAN

Dari hasil pengolahan data dengan software GSAS dapat disimpulkan sebagai berikut:

- Fasa-1 (Cu)

- a. Calculated ucw 254.184
- b. Density 8.560 gm/cm<sup>3</sup>
- c. %wt Fraction 99.92 %
- d. Struktur kristal F m -3 m
- e. Parameter kisi

a	b	c
3.6670 Å	3.6670 Å	3.6670 Å
α	β	γ
90	90	90

- Fasa-2 (Zn)

- a. Calculated ucw 392.28
- b. Density 21.413 gr/cm<sup>3</sup>
- c. %wt Fraction 0.08 %
- d. Struktur kristal P 63/m m
- e. Parameter kisi

a	b	c
2.6648 Å	2.6648 Å	4,9467 Å
α	β	γ
90	90	120

## DAFTAR PUSTAKA

- B. R. York . 1997. *New X-ray Diffraction Line Profile*

- Function Based on Crystallite Size and Strain Distributions Determined from Mean Field Theory and Statistical Mechanics.*  
David Bhartelmy. 2003. *Mineralogy Data Base*, <http://webmineral.com>
- D. Balzar, N. Audebrand, M. Daymond, A. Fitch, A. Hewat, J.I. Langford, A. Le Bail,D. Louër, O. Masson, C.N. McCowan, N.C. Popa, P.W. Stephens, B. Toby. 2004. *Size – Strain Line – Broadening Analysis of the Ceria Round - Robin Sample, Journal of Applied Crystallography* 911-924.
- D. Cullity . 1998 . *Element of X-ray Diffraction* , Prentice - Hall.
- Hikam.M. 2007. *Kristalografi dan teknik difraksi*. Jakarta
- H. P. Klug and L.E. Alexander. 1974 . *X-ray Diffraction Procedures for Polycrystalline and Amorphous Materials*, 2<sup>nd</sup> edition, John Wiley & Sons.
- Joseph B Lambert. 1976 . *Organic Structural Analysis*, Mc. Publishing Co. Inc.
- Myers, G.E. 1972. *Conduction Heat Transfer*. New York: Mc.Graw-Hill Book Company.
- S. Enzo, G. Fagherazzi, A. Benedetti,
- S. Polizzi . 1988 . *A Profile - Fitting Procedure for Analysis of Broadened X-ray Diffraction*, *J. Appl. Cryst.* 21,536-542.