

MAKALAH FISIKA MATERIAL

X-RD (X-Ray Diffractions)



OLEH :

JAMALUDDIN K

(A1C3 06066)

PROGRAM STUDI PENDIDIKAN FISIKA

FAKULTAS KEGURUAN DAN ILMU PENDIDIKAN

UNIVERSITAS HALUOLEO

KENDARI

2010

Sejarah Penemuan X-RD (*X-Ray Diffractions*)

Di akhir tahun 1895, Roentgen (Wilhelm Conrad Roentgen, Jerman, 1845-1923), seorang profesor fisika dan rektor Universitas Wuerzburg di Jerman dengan sungguh-sungguh melakukan penelitian tabung sinar katoda. Ia membungkus tabung dengan suatu kertas hitam agar tidak terjadi kebocoran fotoluminesensi dari dalam tabung ke luar.

Lalu ia membuat ruang penelitian menjadi gelap. Pada saat membangkitkan sinar katoda, ia mengamati sesuatu yang di luar dugaan. Pelat fotoluminesensi yang ada di atas meja mulai berpendar di dalam kegelapan. Walaupun dijauhkan dari tabung, pelat tersebut tetap berpendar. Dijauhkan sampai lebih 1 m dari tabung, pelat masih tetap berpendar. Roentgen berpikir pasti ada jenis radiasi baru yang belum diketahui terjadi di dalam tabung sinar katoda dan membuat pelat fotoluminesensi berpendar. Radiasi ini disebut sinar-X yang maksudnya adalah radiasi yang belum diketahui.

Ia menerima Hadiah Nobel Fisika tahun 1914 untuk penemuan difraksi sinar-X pada kristal. Penemuan ini ketika ia membahas permasalahan yang terkait dengan perjalanan gelombang cahaya melalui periodik, susunan kristalin partikel. Ide kemudian datang bahwa sinar elektromagnetik yang jauh lebih pendek dari sinar-X seharusnya akan menyebabkan semacam fenomena difraksi atau interferensi dan bahwa kristal akan memberikan semacam media. Meski Sommerfeld, W. Wien keberatan terhadap ide Friedrich, asisten Sommerfeld

dan Knipping bereksperimen dan setelah beberapa kegagalan, akhirnya berhasil membuktikan itu benar.

Pada 1946 ia ke Göttingen menjabat Direktur Institut Max Planck dan Titular Profesor di Universitas. Pada 1951 menjadi Direktur Institut Fritz Haber untuk Kimia Fisika di Berlin-Dahlem bidang Optik sinar-X bekerja sama dengan Borrmann. Tahun 1958 ia pensiun dan pada ulang tahun ke-80 di Berlin-Dahlem dia masih aktif bekerja. Awal kariernya ia sangat gembira oleh teori relativitas Einstein dan antara 1907-1911 ia menerbitkan 8 makalah tentang penerapan teori ini. Pada 1911 ia menerbitkan buku tentang teori terbatas dan 1921 pada teori umum, kedua buku menjadi beberapa edisi

Max Theodor Felix von Laue yang lahir 9 Oktober 1879 di Pfaffendorf, dekat Koblenz adalah fisikawan Kekaisaran Jerman yang pertama kali mendapatkan difraksi sinar X dari sebuah kristal pada 1912. Atas prestasi ini, ia dianugerahi Hadiah Nobel dalam Fisika 1914. Ia adalah putra Julius von Laue, seorang pejabat di pemerintahan militer Jerman, yang dibesarkan keturunan bangsawan tahun 1913 dan sering dikirim ke berbagai kota, sehingga von Laue menghabiskan masa mudanya di Brandenburg, Altona, Posen, Berlin dan Strassburg. Di sekolah Protestan di Strassburg ia di bawah pengaruh Profesor Goering yang memperkenalkannya pada ilmu eksakta. Pada tahun 1898 ia meninggalkan sekolah dan selama satu tahun melakukan dinas militer.

A. Teori Dasar

1. *Sinar-X*

Sinar-X adalah gelombang Elektromagnetik dengan panjang gelombang antara $0,5 - 2,5 \text{ \AA}$. Sinar-X dihasilkan dari tumbukan elektron berkecepatan tinggi dengan logam sasaran. Oleh karena itu, suatu tabung sinar-X harus mempunyai suatu sumber elektron, voltase tinggi, dan logam sasaran. Selanjutnya elektron elektron yang ditumbukan ini mengalami pengurangan kecepatan dengan cepat dan energinya diubah menjadi foton.

Dengan :

E = Energi kinetik (joule) k

m = Massa elektron $9,11 \times 10^{-31} \text{ kg}$

e = Muatan elektron $1,6 \times 10^{-19} \text{ coulomb}$

v = Kecepatan elektron m/s

V = Voltase lewat elektroda (volt)

c = Laju cahaya $3 \times 10^8 \text{ m/s}$

V_0 = Voltase yang diberikan dari luar (volt) *maks*

2. Difraksi sinar -X

Apabila suatu bahan dikenai sinar-X maka intensitas sinar-X yang ditransmisikan lebih kecil dari intensitas sinar datang. Hal ini disebabkan adanya penyerapan oleh bahan dan juga penghamburan oleh atom-atom dalam material tersebut. Berkas sinar yang dihantarkan tersebut ada yang saling menghilangkan karena fasenya berbeda dan ada juga yang saling menguatkan karena fasenya sama. Berkas sinar-X yang saling menguatkan disebut sebagai berkas difraksi.

Persyaratan yang harus dipenuhi agar berkas sinar-X yang dihamburkan merupakan berkas difraksi dikenal sebagai Hukum Bragg. Hukum Bragg menyatakan bahwa perbedaan lintasan berkas difraksi sinar-X harus merupakan kelipatan panjang gelombang, secara matematis dirumuskan:

$$n\lambda = d\sin\theta \quad (2.7)$$

dengan n bilangan bulat 1, 2, 3 adalah panjang gelombang sinar-X adalah jarak antar bidang, dan θ adalah sudut difraksi.

Keadaan ini membentuk pola interferensi yang saling menguatkan untuk sudut-sudut yang memenuhi hukum Brag. Gejala ini dapat diamati pada grafik hubungan antara intensitas spektrum karakteristik sebagai fungsi sudut 2θ . Untuk menentukan sudut θ dalam kristal/anoda adalah sistem kristal/atom dan parameter atau arah difraksi ditentukan oleh bentuk dan ukuran sel satuannya.

Dengan mengukur sudut θ maka jarak antar bidang kristal/atom kubik yaitu θ dapat ditentukan dari persamaan:

(2.8)

Dengan a jarak atom, d jarak antar bidang, dan hkl adalah indeks Miller dari suatu bidang pada kristal kubik pemusatan sisi berlaku hubungan antara jarak antara bidang dan jarak antar atom sebagaimana persamaan (2.8) jika θ dan indek bidang (h, k, l) yang mendifraksikan sinar-X diketahui, maka konstanta kekisiannya dapat diketahui juga dengan menggunakan persamaan (2.8)

Sementara itu dari persamaan (2.7) dapat dinyatakan dengan :

(2.9)

Yang dapat dipahami bahwa semakin besar sudut difraksi, maka jarak antar bidang (h, k, l) semakin kecil.

3. Komponen Dasar X-RD

Tiga komponen dasar dari X-RD yaitu; sumber sinar-X (*X-Ray source*), material contoh yang diuji (*specimen*), detektor sinar-X (*X-ray detector*) (Sartono,2006).



Gambar 1. *X-Ray Diffractometer*

a. Sinar - X

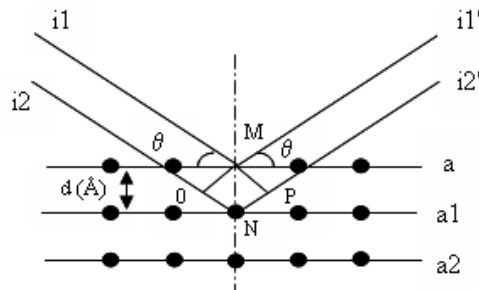
1. 1. Prinsip Kerja Sinar-X

Sinar-X merupakan salah satu bentuk radiasi elektromagnetik yang mempunyai energi antara 200 eV–1 MeV dengan panjang gelombang antara 0,5–2,5 Å. Panjang gelombangnya hampir sama dengan jarak antara atom dalam kristal, menyebabkan sinar-X menjadi salah satu teknik dalam analisa mineral (Suryanarayana dan Norton, 1998). Elektron-elektron pada atom akan membiaskan berkas bidang yang tersusun secara periodik seperti yang ditunjukkan pada Gambar 4. Difraksi sinar-X oleh atom-atom pada bidang atom paralel a dan a_1 yang terpisah oleh jarak d . Dianggap bahwa dua berkas sinar-X i_1 dan i_2 yang bersifat paralel, monokromatik dan koheren dengan

panjang gelombang λ datang pada bidang dengan sudut θ . Jika kedua berkas sinar tersebut berturut-turut terdifraksi oleh M dan N menjadi $i1'$ dan $i2'$ yang masing-masing membentuk sudut θ terhadap bidang dan bersifat paralel, monokromatik dan koheren, perbedaan panjang antara $i1 - M - i1'$ dengan $i2 - N - i2'$ adalah sama dengan n kali panjang gelombang, maka persamaan difraksi dapat dituliskan sebagai berikut:

$$n \lambda = ON + NP \text{ atau}$$

$$n \lambda = d \sin \theta + d \sin \theta = 2 d \sin \theta \quad (1)$$



Gambar 2. Difraksi sinar-X oleh atom-atom pada bidang (Ismunandar, 2006)

Persamaan (1) dikenal sebagai Hukum Bragg, dengan n adalah bilangan refleksi yang bernilai bulat (1, 2, 3, 4, . .). Karena nilai $\sin \theta$ tidak melebihi 1, maka pengamatan berada pada interval $0 < \theta < \pi/2$, sehingga:

$$\sin \theta < 1 \quad (2)$$

Difraksi untuk nilai n terkecil ($n = 1$), persamaan tersebut dapat diubah menjadi :

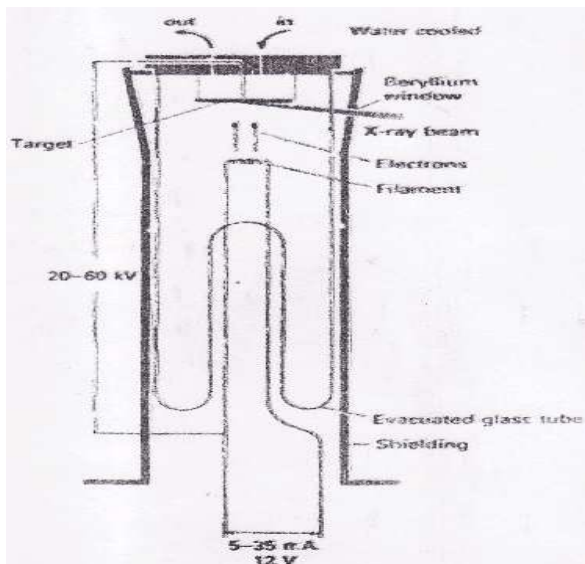
$$\lambda < 2d \quad (3)$$

Persamaan (3) menjelaskan bahwa panjang gelombang sinar-X yang digunakan untuk menentukan struktur kristal harus lebih kecil dari jarak antar atom (Zakaria, 2003).

Difraksi sinar-X merupakan suatu teknik yang digunakan untuk mengidentifikasi adanya fasa kristalin di dalam material-material benda dan serbuk, dan untuk menganalisis sifat-sifat struktur (seperti *stress*, ukuran butir, fasa komposisi orientasi kristal, dan cacat kristal) dari tiap fasa. Metode ini menggunakan sebuah sinar-X yang terdifraksi seperti sinar yang direfleksikan dari setiap bidang, berturut-turut dibentuk oleh atom-atom kristal dari material tersebut. Dengan berbagai sudut timbul, pola difraksi yang terbentuk menyatakan karakteristik dari sampel. Susunan ini diidentifikasi dengan membandingkannya dengan sebuah data base internasional (Zakaria, 2003).

2. Pembangkitan Sinar-X

Sinar-X dihasilkan dari penembakan target (logam *anoda*) oleh elektron berenergi tinggi yang berasal dari hasil pemanasan filamen dari tabung sinar-X (*Rontgen*). Tabung sinar-X tersebut terdiri atas empat komponen utama, yakni filamen (*katoda*) yang berperan sebagai sumber elektron, ruang vakum sebagai pembebas hambatan, target sebagai *anoda*, dan sumber tegangan listrik.

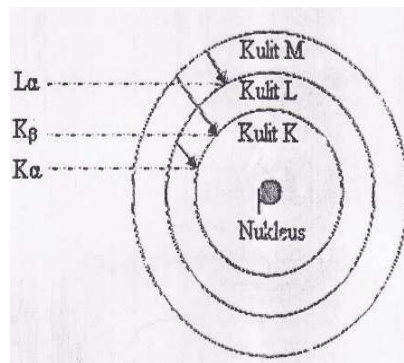


Gambar 3. Skema tabung sinar-X (Suryanarayana, 1998)

Untuk dapat menghasilkan sinar-X dengan baik, maka logam yang digunakan sebagai target harus memiliki titik leleh tinggi dengan nomor atom (Z) yang tinggi agar tumbukan lebih efektif. Logam yang biasa digunakan sebagai target (*anoda*) adalah Cu, Cr, Fe, Co, Mo dan Ag.

3. Karakteristik Sinar-X

Sinar-X dapat pula terbentuk melalui proses perpindahan elektron suatu atom dari tingkat energi yang lebih tinggi ke tingkat energi yang lebih rendah. Adanya tingkat-tingkat energi dalam atom dapat digunakan untuk menerangkan terjadinya spektrum sinar-X dari suatu atom (Gambar 4). Sinar-X yang terbentuk melalui proses ini mempunyai energi yang sama dengan selisih energi antara kedua tingkat energi elektron tersebut. Karena setiap jenis atom memiliki tingkat-tingkat energi elektron yang berbeda-beda maka sinar-X yang terbentuk dari proses ini disebut karakteristik Sinar-X.



Gambar 4. Ilustrasi transisi elektron dalam sebuah atom (Beck, 1977)

Karakteristik Sinar-X terjadi karena elektron yang berada pada kulit K terionisasi sehingga terpengaruh keluar. Kekosongan kulit K ini segera diisi oleh elektron dari kulit diluarnya. Jika kekosongan pada kulit K diisi oleh elektron dari kulit L, maka akan dipancarkan karakteristik sinar-X K_{α} . Jika kekosongan itu

diisi oleh elektron dari kulit M, maka akan dipancarkan karakteristik Sinar-X K_{β} dan seterusnya (Beck, 1977).

b. Material Uji (spesimen)

Sartono (2006), mengemukakan bahwa material uji (spesimen) dapat digunakan bubuk (powder) biasanya 1 mg.

c. Detektor

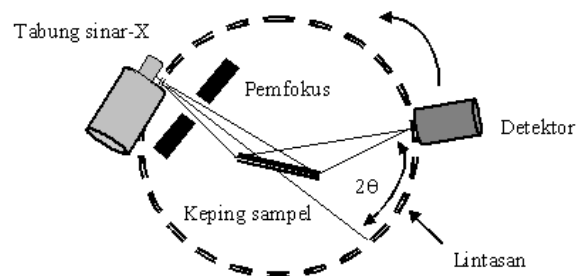
Sebelum sinar-X sampai ke detektor melalui proses optik. Sinar-X yang panjang gelombangnya λ dengan intensitas I mengalami refleksi dan menghasilkan sudut difraksi 2θ (Sartono, 2006). Jalannya sinar-X diperlihatkan oleh gambar 5 berturut-turut sebagai berikut : (1) Sumber sinar-X (2) Celah soller (3) Celah penyebar (4) Spesimen (5) Celah anti menyebar (6) Celah penerima (7) Celah soller dan (8) Detektor.



Gambar 5. *Difraktometer*

B. Skema dan Prinsip Kerja Alat Difraksi Sinar-X (X-RD)

Salah satu teknik yang digunakan untuk menentukan struktur suatu padatan kristalin adalah metode difraksi sinar-X serbuk (*X-ray powder diffraction*) seperti terlihat pada Gambar 6. Sampel berupa serbuk padatan kristalin yang memiliki ukuran kecil dengan diameter butiran kristalnya sekitar $10^{-7} - 10^{-4}$ m ditempatkan pada suatu plat kaca. Sinar-X diperoleh dari elektron yang keluar dari filamen panas dalam keadaan



vakum pada tegangan tinggi, dengan kecepatan tinggi menumbuk permukaan logam, biasanya tembaga (Cu).

Sinar-X tersebut menembak sampel padatan kristalin, kemudian mendifraksikan sinar ke segala arah dengan memenuhi Hukum Bragg. Detektor bergerak dengan kecepatan sudut yang konstan untuk mendeteksi berkas sinar-X yang didifraksikan oleh sampel. Sampel serbuk atau padatan kristalin memiliki bidang-bidang kisi yang tersusun secara acak dengan berbagai kemungkinan orientasi, begitu pula partikel-partikel kristal yang terdapat di dalamnya. Setiap kumpulan bidang kisi tersebut memiliki beberapa sudut orientasi sudut tertentu, sehingga difraksi sinar-X memenuhi Hukum Bragg :

$$n \lambda = 2 d \sin \theta$$

dengan ; n : orde difraksi (1,2,3,...)

λ : Panjang sinar-X

d : Jarak kisi

θ : Sudut difraksi

Bentuk keluaran dari difraktometer dapat berupa data analog atau digital. Rekaman data analog berupa grafik garis-garis yang terekam per menit sinkron, dengan detektor dalam sudut 2θ per menit, sehingga sumbu-x setara dengan sudut 2θ . Sedangkan rekaman digital menginformasikan intensitas sinar-X terhadap jumlah intensitas cahaya per detik.

Pola difraktogram yang dihasilkan berupa deretan puncak-puncak difraksi dengan intensitas relatif bervariasi sepanjang nilai 2θ tertentu. Besarnya intensitas relatif dari deretan puncak-puncak tersebut bergantung pada jumlah atom atau ion yang ada, dan distribusinya di dalam sel satuan material tersebut. Pola difraksi setiap padatan kristalin sangat khas, yang bergantung pada kisi kristal, unit parameter dan panjang gelombang sinar-X yang digunakan. Dengan demikian, sangat kecil kemungkinan dihasilkan pola difraksi yang sama untuk suatu padatan kristalin yang berbeda (Warren, 1969).

C. Aplikasi

Difraksi sinar-X adalah metode yang sangat penting untuk mengkarakterisasi struktur kristal material. Teknik ini biasanya dapat digunakan

untuk analisis parameter kisi kristal tunggal, atau tahap tersebut, tekstur atau bahkan stres analisis bahan polikristalin (seperti serbuk). Teknik ini banyak digunakan dalam penelitian dan pengembangan aplikasi dan penggunaannya untuk produksi atau masalah pengendalian mutu juga tumbuh, manfaat dari perkembangan hardware dan software untuk kemampuan throughput tinggi.

Pada saat penemuan difraksi sinar-X, pengetahuan tentang struktur logam terbatas pada apa yang bisa diungkapkan oleh optik mikroskop. diakui bahwa struktur dari logam pada dasarnya kristal. tapi sebenarnya terjadi karena adanya pengaturan atom, meskipun teori geometri ruang- kelompok dan ruang-kisi telah ditetapkan jauh sebelum rincian pengaturan atom dapat ditentukan. Prinsip-prinsip umum diagram fasa logam telah dibangun oleh Roozeboom dan lain, dan pekerjaan eksperimental Heycock dan Neville (1897) telah menunjukkan bagaimana batas-batas bidang fase yang berbeda dapat ditentukan dengan tingkat akurasi yang tinggi, bahkan dalam sistem yang sangat rumit. Pada waktu yang sama Sekolah Jerman di bawah Tammann telah menghasilkan dengan cepat sejumlah ekuilibrium metalik - diagram. Penerapan metode optik untuk studi baja telah mengakibatkan pengakuan dari 'jumlah 'konstituen,' tetapi sering ada kebingungan mengenai apakah ini adalah tahap yang berbeda dengan struktur kristal tertentu, atau campuran fase pada skala terlalu halus untuk diselesaikan oleh metode optik. Posisi umum, oleh karena itu, di mana lebih jauh kemajuan tergantung pada beberapa metode penemuan yang lebih rinci. susunan atom dalam logam bisa diungkapkan.

Pentingnya penemuan difraksi X-sinar oleh kristal telah diakui dari awal, namun aplikasinya tertunda selama beberapa tahun akibat Perang Dunia Pertama. Davey, Hull, dan lain-lain bekerja sama dalam penentuan struktur kristal dari banyak logam yang lebih umum dan kemudian mendapatkan kristal tunggal logam. Debye-Scherrer, melakukan metode analisis kristal khusus yang memang menarik, itu ditemukan oleh AW Hull dan hampir bersamaan dengan Scherrer Debye untuk tujuan penentuan struktur logam. Penemuan asli metode ini dibuat tahun 1916, dan dari 1920 dan seterusnya, aplikasinya banyak menghasilkan kemajuan yang spektakuler pada dekade 1920-1930. Mereka menetapkan bahwa mayoritas logam mengkristal di salah satu tiga struktur logam khas yang ditunjukkan dalam Gambar. 12-2 (1). Ini adalah kubik berpusat muka, dekat-dikemas heksagonal, dan badan berpusat kubik struktur Allotropy umum, khususnya antara transisi logam, dan dalam hampir semua kasus seperti ini, berpusat kubik modifikasi.

D. Contoh Pola Difraksi pada suatu Bahan

- Karakterisasi lapisan tipis FeAg menggunakan metode difraksi sinar - X (XR-D) memperlihatkan pola difraksi struktur kristalnya yang memuat harga intensitas (cacahan perdetik) dengan sudut difraksi 2θ (dalam derajat).
- penelitian mengenai pengaruh substrat Cu dan Indium Tin Oxide (ITO) oleh Jannah, Fatkul, E pada pertumbuhan kristal dengan judul “ Karakterisasi Lapisan Tipis Alloy Nife Hasil Elektrodeposisi Pada Substrat Cu dan ITO” Sedangkan pada substrat ITO lapisan tipis NiFe yang terbentuk mempunyai bidang hkl (111) dan (200). “ Karakterisasi Lapisan Tipis Alloy Nife Hasil Elektrodeposisi Pada Substrat Cu dan ITO”. Penumbuhan lapisan tipis NiFe

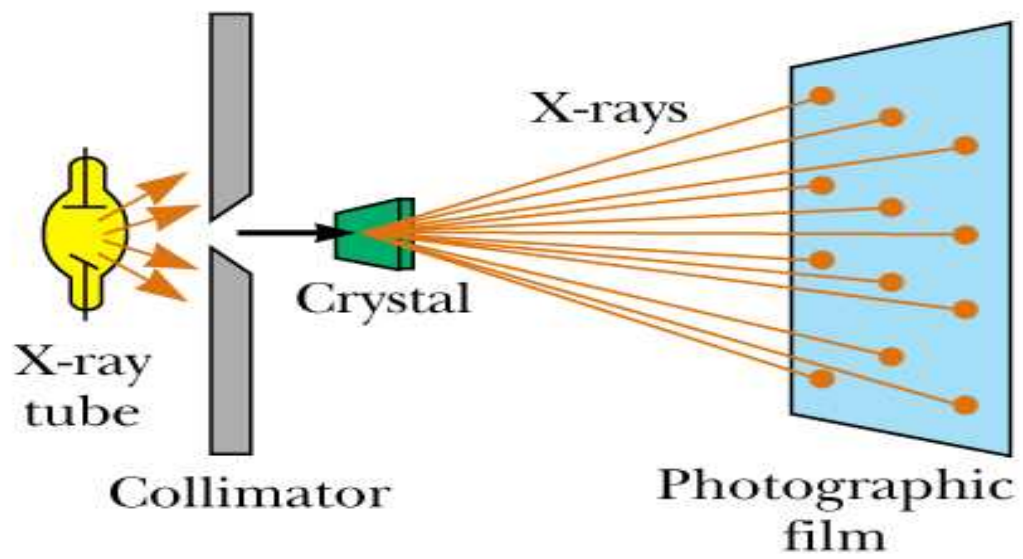
dilakukan dengan menggunakan metode elektrodeposisi. Analisis struktur kristal dilakukan dengan X-ray diffraction (XRD). Dari spektrum XRD menunjukkan bahwa substrat berpengaruh pada struktur kristal. Lapisan yang terbentuk merupakan polikristal yang terdiri dari NiFe berstruktur fcc (face center cubic) dengan arah pertumbuhan (111), (200) dan (220) pada substrat Cu.

- Sebagian besar aplikasi diffractometry X-ray membutuhkan balok dengan baik didefinisikan karakteristik spasial dan spektral. X-ray optik adalah komponen penting untuk mendapatkan spesifikasi berkas yang dibutuhkan pada sampel. Multilayer X-ray optik saat ini sudah banyak digunakan dalam difraksi sinar-X karena kinerja yang seimbang mereka dalam hal perbedaan, kemurnian spektral, dan fluks.

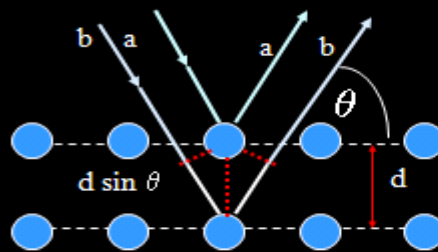
Xenocs telah menetapkan standar dengan kinerja tinggi pengenalan refleksi tunggal dua-dimensi multilayer optik sinar-X yang memberikan nilai tambah yang signifikan dalam sejumlah aplikasi difraksi sinar-X.



- Contoh lain pola difraksi dapat dilihat melalui gambar berikut:



Hukum Bragg's



Ketika sinar X melalui kristal, beda lintasan sinar a dan sinar b yang dipantulkan oleh atom atom kristal NaCl adalah $2 d \sin \theta$

Interferensi saling memperkuat kedua sinar pantul itu terjadi bila beda lintasan sama dengan kelipatan bulat dari panjang gelombang sinar X.

Sehingga:

$$m \lambda = 2 d \sin \theta$$

m = orde

λ = panjang gelombang

d = jarak antar atom

θ = sudut antara sinar datang dengan garis mendatar

DAFTAR PUSTAKA

- Beck, 1977 . *Principles of Scanning Electron Microscopy*, Jeol Hightech co., Ltd., Jepang.
- Sartono, A.A., 2006. Difraksi sinar-X (X-RD). *Tugas Akhir Matalailiah proyek Laboratorium*. Departemen Fisika Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Indonesia. <http://www.doitpoms.ac.uk/tlplib/xray-diffraction/single-crystal.php>. Download 12 Maret 2008.
- Warren, S.E., 1969. *X-Ray Diffraction*, Addison-Wesley pub: Massachusetts.
- Zakaria, 2003. *Analisis Kandungan Mineral Magnetik pada Batuan Beku dari Daerah Istimewa Yogyakarta dengan Metode X-Ray Diffraction*, skripsi, Fakultas Keguruan dan Ilmu Pendidikan, Universitas Haluoleo : Kendari.

