

ANALISIS FASA MINOR DENGAN TEKNIK DIFRAKSI NEUTRON

Engkir Sukirman, Herry Mugirahardjo

Pusat Sains dan Teknologi Bahan Maju - BATAN

Kawasan Puspiptek, Serpong, Tangerang Selatan, 15314

e-mail: engkirs@gmail.com

(Naskah diterima : 21-08-2014, Naskah disetujui: 23-09-2014)

ABSTRAK

ANALISIS FASA MINOR DENGAN TEKNIK DIFRAKSI NEUTRON. Keberadaan fasa minor dalam suatu cuplikan telah dianalisis dengan teknik difraksi neutron. Dalam penelitian ini dipilih cuplikan partikel nano Fe (PNF) sebagai objek studi kasus. Langkah pertama adalah menyiapkan cuplikan PNF dengan teknik *ball milling*. Cuplikan hasil *milling* selanjutnya disebut FIC2. Keberadaan fasa-fasa yang terbentuk di dalam cuplikan FIC2 dianalisis secara kualitatif dan kuantitatif dengan teknik difraksi neutron resolusi tinggi (HRPD) dan difraksi sinar-X (XRD). Data difraksi dianalisis dengan metode Rietveld memanfaatkan program FullProf dan dilakukan dengan mengacu pada data dukung, yakni ukuran partikel dan sifat magnetik bahan. Kedua jenis data dukung tersebut diperoleh berturut-turut dengan PSA (*Particles Size Analyzer*) dan VSM (*Vibrating Samples Magnetometer*). Hasil analisis menunjukkan bahwa kualitas *fitting* pola difraksi neutron lebih baik dari kualitas *fitting* pola difraksi sinar-X. Dari data difraksi neutron diperoleh bahwa FIC2 terdiri dari fasa Fe, $\gamma\text{Fe}_2\text{O}_3$, dan Fe_3O_4 berturut-turut sebanyak 78,62; 21,37 dan 0,01%. Dari data difraksi sinar-X didapat bahwa FIC2 terdiri dari fasa Fe dan $\gamma\text{Fe}_2\text{O}_3$ berturut-turut sebanyak 99,96 dan 0,04%; sedangkan keberadaan fasa Fe_3O_4 tidak teramati. Dengan teknik difraksi neutron, keberadaan fasa *minor* dapat ditentukan secara akurat.

Kata kunci: difraksi neutron, difraksi sinar-X, fasa minor.

ABSTRACT

ANALYSIS OF MINOR PHASE WITH NEUTRON DIFFRACTION TECHNIQUE. The presence of minor phases in a sample have been analyzed with the neutron diffraction technique. In this research, the sample of Fe nanoparticles (FNP) has been selected as the object of case study. The first step was to prepare the FNP sample with the ball milling technique. Hereinafter, the sample of milling result was referred FIC2. The presence of phases formed in FIC2 were analyzed qualitatively and quantitatively using the high resolution neutron diffraction (HRPD) and X-Ray Diffraction (XRD) techniques. The diffraction data were analyzed by means of the Rietveld method utilizing a computer code, namely FullProf and performed by referring to the supporting data, namely particle size and magnetic properties of materials. The two kinds of supporting data were obtained from the PSA (*Particles Size Analyzer*) and VSM (*Vibrating Samples Magnetometer*), respectively. The analysis result shows that quality of fitting for neutron diffraction pattern is better than the fitting quality for x-ray diffraction pattern. Of the HRPD data were revealed that FIC2 consists of Fe, $\gamma\text{Fe}_2\text{O}_3$ and Fe_3O_4 phases as much as 78.62; 21.37 and 0.01%, respectively. Of the XRD data were obtained that FIC2 consists of Fe and $\gamma\text{Fe}_2\text{O}_3$ phases with amount of 99.96 and 0.04%, respectively; the presence of Fe_3O_4 phase was not observed. With the neutron diffraction technique, the presence of minor phase can be determined accurately.

Keywords: neutron diffraction, X-ray diffraction, minor phase.

PENDAHULUAN

Pada umumnya dalam penelitian dan pengembangan (litbang) bahan, baik itu bahan struktur reaktor nuklir, bahan bakar nuklir atau bahan-bahan industri yang lain, kegiatan dimulai dengan sintesis bahan. Sebelum dilakukan karakterisasi sifat-sifat bahan, yang meliputi sifat mekanik, listrik, magnet, fisika, kimia, dan lain-lain, hasil sintesis harus diidentifikasi (dikonfirmasi) dahulu apakah bahan (cuplikan) yang dibuat sudah membentuk senyawa atau fasa bahan yang diinginkan. Oleh karena itu, identifikasi fasa bahan pada bahan hasil litbang merupakan suatu tahapan litbang yang pertama dan utama yang tidak bisa dilewatkan. Metode yang sangat tepat, cepat, mudah dan murah untuk maksud dan tujuan tersebut adalah dengan memanfaatkan teknik difraksi, baik itu difraksi sinar-X maupun difraksi neutron.

Pada sintesis baja carbon, jika cuplikan itu dianalisis dengan metoda analisis kimia, maka hanya akan diperoleh informasi tentang unsur-unsur dan jumlah kandungan Fe, C, Mn, dan seterusnya di dalam cuplikan tersebut. Analisis kimia tidak dapat memberikan informasi tentang fasa-fasa baja carbon di dalam cuplikan, apakah baja carbon itu seluruhnya martensit atau terdiri dari fasa martensit dan austenit atau tersusun dari fasa ferrite dan cementit. Dengan metoda difraksi, keberadaan fasa-fasa tersebut dapat diketahui.

Metoda difraksi dipakai secara luas untuk menganalisis bahan-bahan seperti biji besi, tanah lempung, logam, logam paduan, *refractories*, *corrosion product*, *wear product*, debu industri dan seterusnya. Dibandingkan dengan analisis kimia, metode difraksi memiliki beberapa keuntungan, yakni, lebih cepat membutuhkan cuplikan yang sangat kecil (sedikit), dan tidak merusak.

Selain digunakan untuk analisis kualitatif, teknik difraksi juga dimanfaatkan untuk analisis kuantitatif fasa bahan di dalam bahan kristalin; disamping itu pula teknik

difraksi dapat digunakan untuk menentukan ukuran kristalit, regangan dan tegangan sisa pada bahan industri, bahan struktur reaktor nuklir dan bahan bakar nuklir.

Selama ini litbang bahan struktur reaktor nuklir dan bahan bakar nuklir di Indonesia pada umumnya memanfaatkan data difraksi sinar-X sebagai data pendukung. Husna Al Hasa dan kawan-kawan^[1], melakukan sintesis paduan AlFeNi sebagai bahan struktur *cladding* elemen bakar nuklir. Karakterisasi fasa-fasa yang terbentuk dilakukan dengan teknik difraksi sinar-X, terungkap adanya fasa FeAl (fasa θ). Kadarjono dan Supardjo^[2] membuat logam U dari campuran UF₄ dan Ca. Hasil analisis dengan teknik difraksi sinar-X menunjukkan bahwa uranium didominasi oleh 96,42 % berat α -U yang tercampur dengan 3,58 % berat UO₂. Juga pada penelitian terdahulu^[3] dilakukan proses konversi uranium dari *yellow cake* yang berasal dari limbah pupuk fosfat. Analisis kualitatif dan kuantitatif dilakukan dengan metode Rietveld menggunakan perangkat lunak GSAS (*General Structure Analysis System*) berdasarkan data difraksi sinar-X. Hasil analisis menunjukkan bahwa cuplikan terdiri dari 95% berat UO₂ dan 5 % berat U₃O₈ dan UO₃.

Dalam litbang bahan, selain data difraksi sinar-X, dapat juga digunakan data difraksi neutron sebagai data dukung. Hal ini akan menguntungkan, mengingat interaksi neutron dengan bahan berbeda dengan berkas sinar-X atau elektron.

Sinar-X berinteraksi dengan distribusi elektron di dalam bahan kristalin, oleh karena itu sinar-X selain tidak mudah menentukan lokasi unsur-unsur yang memiliki jumlah elektron sedikit (yakni, unsur-unsur ringan), juga tidak dapat membedakan unsur-unsur yang memiliki jumlah elektron yang hampir sama (yakni, unsur-unsur yang berdekatan di dalam tabel periodik). Karena ukuran atom sepadan dengan panjang gelombang sinar-X, maka interaksi sinar-X dengan bahan bergantung

pada faktor bentuk. Amplitudo hamburan sinar-x meningkat secara monoton terhadap nomor atom. Intensitas hamburan sinar-X menyusut cepat dengan bertambahnya sudut hamburan, sedangkan intensitas hamburan neutron tetap tinggi pada sudut hamburan yang besar. Penyusutan intensitas difraksi sinar-X, selain diakibatkan oleh vibrasi termal, juga faktor bentuk, sedangkan penyusutan intensitas hamburan neutron hanya akibat vibrasi termal.

Neutron berinteraksi dengan inti atom. Karena ukuran inti-inti atom jauh lebih kecil dibandingkan panjang gelombang neutron, penampang lintang hamburan koheren neutron oleh sebuah inti tidak bergantung sudut. Hamburan neutron ditentukan oleh panjang hamburan yang besarnya berubah-ubah secara tidak beraturan terhadap nomor atom, bahkan panjang hamburan dari unsur yang sama akan berbeda jika isotopnya berbeda. Sehingga dengan substitusi isotop, daya hamburan neutron dapat dimanipulasi. Panjang hamburan neutron adalah sedemikian sehingga unsur ringan dapat ditentukan, demikian pula unsur-unsur yang berdekatan di dalam tabel periodik dapat dibedakan.

Panjang gelombang neutron termal ($\lambda \approx 0,1$ nm) sebanding dengan jarak antar atom dalam zat padat, sehingga efek interferensi dari radiasi yang dihamburkan sangat kuat. Dengan demikian keteraturan atom-atom dalam padatan kristalin dapat ditentukan secara lebih akurat. Berkas neutron dapat mengungkap informasi *structural* dari setiap fasa yang mana informasi ini sangat berharga untuk meneliti bahan-bahan yang mengandung banyak fasa.

Neutron memiliki momen magnetik, $\mu_n = -1,913$ nuclear magneton, dan spin $S = 1/2$. Neutron berinteraksi dengan elektron melalui momen magnetiknya. Oleh karenanya, neutron dapat menjadi *probe* yang ideal bagi penelitian bahan-bahan magnetik, antara lain menentukan struktur

kristal magnetik dan dinamika sistem atom magnetik. Neutron termal memiliki energi, $E \approx 70$ meV, setara dengan energi eksitasi (vibrasi, rotasi dan gerak difusi) di dalam bahan, sehingga dapat dimanfaatkan untuk mempelajari vibrasi-vibrasi skala atom. Dengan demikian, *probe* neutron dapat memberikan informasi yang komplementer dengan teknik hamburan sinar-X dan elektron^[4,5].

Tujuan penelitian ini adalah melakukan analisis keberadaan fasa-fasa minor dalam suatu cuplikan dengan teknik difraksi neutron. Dalam penelitian ini dipilih cuplikan partikel nano Fe (PNF) sebagai objek studi kasus. Hal ini karena pada cuplikan PNF terdapat atom-atom ringan, O (nomor atom, $Z=16$) ditengah-tengah atom berat, Fe (nomor atom, $Z=56$).

TATA KERJA

Partikel nano Fe (PNF) disintesis dengan metode *milling* dua langkah^[6] dari bahan baku serbuk Fe (produk Merck) dengan kemurnian 99,5 % dan ukuran partikel 10 μm . Cuplikan hasil sintesis selanjutnya disebut FIC2.

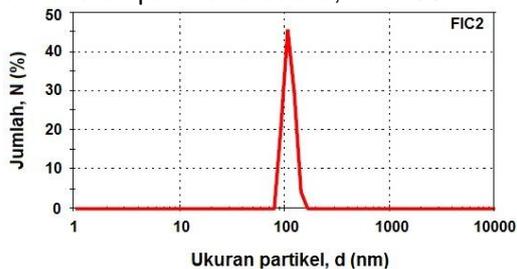
Karakterisasi fasa di dalam cuplikan FIC2 ditentukan dengan HRPD (*High Resolution Powder Diffractometer*) di PSTBM (Pusat Sains dan Teknologi Bahan Maju), BATAN dan XRD (*X-ray Diffractometer*) PANalitical Xpert-Pro di PSTNT (Pusat Sains dan Teknologi Nuklir Terapan), BATAN. Pengukuran pola difraksi neutron dilakukan pada panjang gelombang konstan, $\lambda = 1,8223$ Å yang dihasilkan oleh monokromator *hot-pressed* Ge(331)^[7]. Pengukuran dilakukan pada rentang sudut, $2\theta = 2,5^\circ$ - $157,5^\circ$; lebar langkah, $\Delta(2\theta) = 0,05^\circ$ dan pengukuran berlangsung selama lebih kurang 24 jam untuk mendapatkan satu pola difraksi penuh. Sedangkan pengukuran pola difraksi sinar-x dilakukan dalam daerah sudut, $2\theta = 10^\circ$ - 80° , target Cu, panjang gelombang konstan, $\lambda = 1,5406$ Å; lebar langkah, $\Delta(2\theta) = 0,02^\circ$ dan

preset time: 0.05 detik. Kedua jenis pengukuran tersebut dilakukan pada suhu ruang.

Data difraksi neutron dan sinar-x, masing-masing dianalisis dengan metode Rietveld menggunakan perangkat lunak FullProf [8]. Ukuran partikel dan distribusinya ditentukan dengan PSA (*Particle Size Analyzer*). Sedangkan sifat magnetik bahan dikarakterisasi dengan VSM (*Vibrating Sample Magnetometer*) Oxford Type 1.2 H di PSTBM-BATAN. Pengukuran sifat magnetik bahan dilakukan pada suhu ruang dalam medan magnet dari 0 Tesla hingga mencapai nilai maksimum 1 Tesla.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Ukuran partikel nano Fe dan distribusinya di dalam cuplikan FIC2 hasil pengamatan dengan PSA ditunjukkan pada Gambar 1; dari gambar tersebut didapat data ukuran partikel rata-rata, $D = 106$ nm.

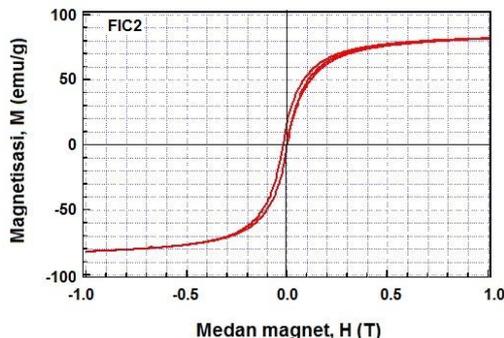


Gambar 1. Ukuran partikel dan distribusi ukuran partikel nano Fe pada cuplikan FIC2; ukuran partikel rata-rata $D = 106$ nm.

Kurva magnetisasi dari FIC2 ditunjukkan pada Gambar 2. Kurva magnetisasi tersebut menunjukkan suatu pola khas dari bahan superparamagnetik yang merupakan karakteristik dari partikel nano magnetik. Jadi bahan masih bisa dikategorikan sebagai partikel nano magnetik besi, walaupun partikel tersebut berukuran sedikit lebih besar 100 nm.

Pada Gambar 2 ditunjukkan bahwa harga magnetisasi, $M_s = 81,4$ emu/g, lebih rendah dari harga magnetisasi fasa *bulk* Fe pada suhu ruang, yakni $M_s = 218$ emu/g [9]. Ini berarti bahwa pada FIC2 terdapat fasa-fasa lain (selain Fe) yang nilai

magnetisasinya lebih kecil dari harga magnetisasi Fe.



Gambar 2. Kurva magnetisasi partikel nano Fe pada cuplikan FIC2, diukur pada suhu ruang; harga magnetisasi saturasi, $M_s = 81,4$ emu/g.

Fasa-fasa yang paling mungkin terbentuk di dalam FIC2, selain Fe, adalah $\gamma\text{Fe}_2\text{O}_3$, dan Fe_3O_4 . Untuk mengkonfirmasi dugaan tersebut, maka dilakukan pengukuran pola difraksi neutron dan sinar-x dan data hasil pengukuran dianalisis dengan metode Rietveld, dengan memanfaatkan program FullProf [8]. Program ini memerlukan dua file masukan, yakni (1) data parameter struktur kristal dan alat (*.pcr), dan (2) data intensitas (*.dat). Parameter struktur kristal fasa Fe, $\gamma\text{Fe}_2\text{O}_3$, dan Fe_3O_4 berturut-turut ditunjukkan pada Tabel 1, 2 dan 3.

Tabel 1. Fraksi koordinat atom (g_j, x_j, y_j, z_j) fasa Fe, grup ruang: $Im\bar{3}m$, No. 229, parameter kisi: $a = b = c = 2,88788 \text{ \AA}$, $\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$ [9].

| Atom | g_j | x_j | y_j | z_j |
|---------------------|-------|-------|-------|-------|
| $\text{Fe}^{3+}(1)$ | 0,5 | 0,0 | 0,0 | 0,0 |
| $\text{Fe}^{3+}(2)$ | 0,5 | 0,5 | 0,5 | 0,5 |

Tabel 2. Fraksi koordinat atom (g_j, x_j, y_j, z_j) fasa $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$, grup ruang: $P41\bar{3}2$, No. 213, parameter kisi: $a = b = c = 8,4372 \text{ \AA}$, $\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$ [9].

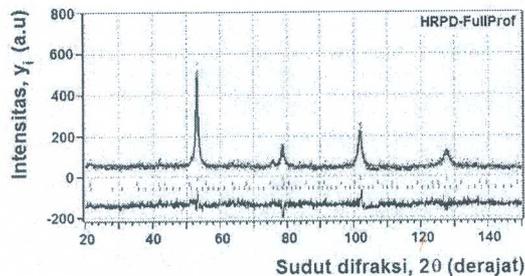
| Atom | g_j | x_j | y_j | z_j |
|---------------------|-------|--------|--------|--------|
| $\text{Fe}^{3+}(1)$ | 1,0 | 0,9975 | 0,9975 | 0,9975 |

| | | | | |
|----------------------|-----|--------|--------|-------|
| Fe ³⁺ (2) | 1,0 | 0,8684 | 0,6184 | 0,875 |
| Fe ³⁺ (3) | 1,0 | 0,375 | 0,125 | 0,875 |
| O ²⁻ (1) | 1,0 | 0,389 | 0,389 | 0,389 |
| O ²⁻ (2) | 1,0 | 0,377 | 0,368 | 0,865 |

Pola difraksi neutron hasil analisis dengan metode Rietveld menggunakan program FullProf dari FIC2 ditunjukkan pada Gambar 3. Tampak pada Gambar 3 bahwa pola difraksi hasil perhitungan (garis malar) berimpit (*fitting*) dengan pola difraksi hasil pengamatan (garis titik-titik). Pada Gambar 3 juga ditunjukkan posisi pucak-puncak Bragg (garis-garis pendek vertikal di bawah garis sumbu 2θ) dan di bawahnya lagi ditunjukkan selisih antara intensitas hasil pengamatan terhadap hasil perhitungan. Konvergensi *refinement* dicapai pada $\chi^2 = 1,92$.

Tabel 3. Fraksi koordinat atom (g_j, x_j, y_j, z_j) fasa Fe₃O₄, grup ruang: Fd3m, No. 227, parameter kisi: a = b = c = 8,46155 Å, $\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$ [9]

| Atom | g_j | x_j | y_j | z_j |
|----------------------|-------|-------|-------|-------|
| Fe ³⁺ (A) | 1,0 | 0,0 | 0,0 | 0,0 |
| Fe ³⁺ (B) | 0,5 | 0,625 | 0,625 | 0,625 |
| Fe ²⁺ (B) | 0,5 | 0,625 | 0,625 | 0,625 |
| O ²⁻ | 1,0 | 0,375 | 0,375 | 0,375 |



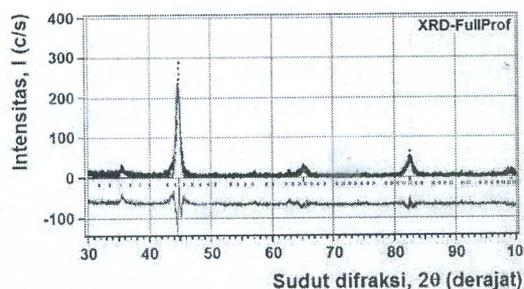
Gambar 3. Pola difraksi neutron dari FIC2, hasil analisis dengan metode Rietveld menggunakan program FullProf.

Jadi, dapat disimpulkan bahwa FIC2 terdiri dari tiga fasa, Fe, γ Fe₂O₃, dan Fe₃O₄. Parameter kisi dan fraksi massa masing-masing fasa ditunjukkan pada Tabel 4. Tampak pada Tabel 4 bahwa cuplikan terdiri dari fasa Fe, γ Fe₂O₃ dan Fe₃O₄ berturut-turut sebanyak 78,62; 21,37 dan 0,01 %.

Data hasil pengamatan dengan metode difraksi neutron di atas, kemudian dibandingkan dengan data hasil pengamatan dengan metode difraksi sinar-x. Tujuan dilakukan perbandingan ini adalah ingin melihat sisi kelebihan dan kekurangan kedua jenis metode difraksi tersebut.

Table 4. Parameter kisi (a, b, c) dan fraksi massa (M) fasa Fe, γ Fe₂O₃, Fe₃O₄ di dalam cuplikan FIC2 berdasarkan data HRPD dan XRD

| Fasa | HRPD | | XRD | |
|---|-----------|-------|---------------|-------|
| | a (Å) | M (%) | a (Å) | M (%) |
| Fe | 2,8706(5) | 78,62 | 2,866 2(5) | 99,96 |
| γ Fe ₂ O ₃ | 8,389(5) | 21,37 | 8,440 3(6) | 0,04 |
| Fe ₃ O ₄ | 8,46155 | 0,01 | - | - |



Gambar 4. Pola difraksi sinar-x dari FIC2, hasil analisis dengan metode Rietveld menggunakan program FullProf.

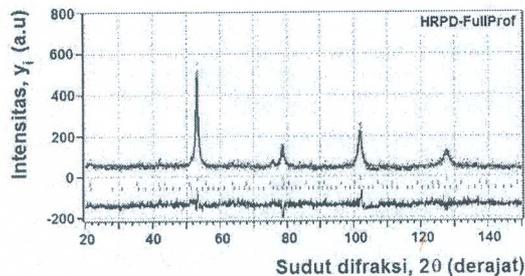
Pola difraksi sinar-x hasil analisis dengan metode Rietveld menggunakan program FullProf dari FIC2 ditunjukkan pada Gambar 4. Analisis data difraksi yang kedua ini juga dilakukan dengan input parameter kristal yang sama dengan analisis yang pertama. Tampak pada Gambar 4 bahwa kualitas *fitting* pola difraksi hasil perhitungan terhadap pola difraksi hasil pengamatan

| | | | | |
|----------------------|-----|--------|--------|-------|
| Fe ³⁺ (2) | 1,0 | 0,8684 | 0,6184 | 0,875 |
| Fe ³⁺ (3) | 1,0 | 0,375 | 0,125 | 0,875 |
| O ²⁻ (1) | 1,0 | 0,389 | 0,389 | 0,389 |
| O ²⁻ (2) | 1,0 | 0,377 | 0,368 | 0,865 |

Pola difraksi neutron hasil analisis dengan metode Rietveld menggunakan program FullProf dari FIC2 ditunjukkan pada Gambar 3. Tampak pada Gambar 3 bahwa pola difraksi hasil perhitungan (garis malar) berimpit (*fitting*) dengan pola difraksi hasil pengamatan (garis titik-titik). Pada Gambar 3 juga ditunjukkan posisi pucak-puncak Bragg (garis-garis pendek vertikal di bawah garis sumbu 2θ) dan di bawahnya lagi ditunjukkan selisih antara intensitas hasil pengamatan terhadap hasil perhitungan. Konvergensi *refinement* dicapai pada $\chi^2 = 1,92$.

Tabel 3. Fraksi koordinat atom (g_j, x_j, y_j, z_j) fasa Fe₃O₄, grup ruang: Fd3m, No. 227, parameter kisi: $a = b = c = 8,46155 \text{ \AA}$, $\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$ [9]

| Atom | g_j | x_j | y_j | z_j |
|----------------------|-------|-------|-------|-------|
| Fe ³⁺ (A) | 1,0 | 0,0 | 0,0 | 0,0 |
| Fe ³⁺ (B) | 0,5 | 0,625 | 0,625 | 0,625 |
| Fe ²⁺ (B) | 0,5 | 0,625 | 0,625 | 0,625 |
| O ²⁻ | 1,0 | 0,375 | 0,375 | 0,375 |



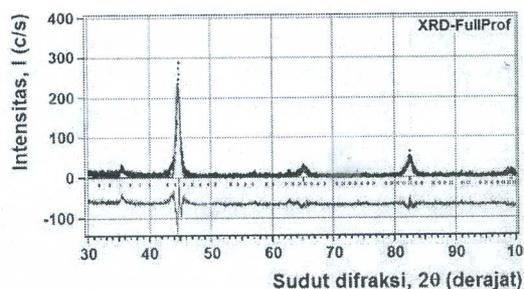
Gambar 3. Pola difraksi neutron dari FIC2, hasil analisis dengan metode Rietveld menggunakan program FullProf.

Jadi, dapat disimpulkan bahwa FIC2 terdiri dari tiga fasa, Fe, $\gamma\text{Fe}_2\text{O}_3$, dan Fe₃O₄. Parameter kisi dan fraksi massa masing-masing fasa ditunjukkan pada Tabel 4. Tampak pada Tabel 4 bahwa cuplikan terdiri dari fasa Fe, $\gamma\text{Fe}_2\text{O}_3$ dan Fe₃O₄ berturut-turut sebanyak 78,62; 21,37 dan 0,01 %.

Data hasil pengamatan dengan metode difraksi neutron di atas, kemudian dibandingkan dengan data hasil pengamatan dengan metode difraksi sinar-x. Tujuan dilakukan perbandingan ini adalah ingin melihat sisi kelebihan dan kekurangan kedua jenis metode difraksi tersebut.

Table 4. Parameter kisi (a, b, c) dan fraksi massa (M) fasa Fe, $\gamma\text{Fe}_2\text{O}_3$, Fe₃O₄ di dalam cuplikan FIC2 berdasarkan data HRPD dan XRD

| Fasa | HRPD | | XRD | |
|--------------------------------|-----------|-------|---------------|-------|
| | a (Å) | M (%) | a (Å) | M (%) |
| Fe | 2,8706(5) | 78,62 | 2,866 2(5) | 99,96 |
| $\gamma\text{Fe}_2\text{O}_3$ | 8,389(5) | 21,37 | 8,440 3(6) | 0,04 |
| Fe ₃ O ₄ | 8,46155 | 0,01 | - | - |

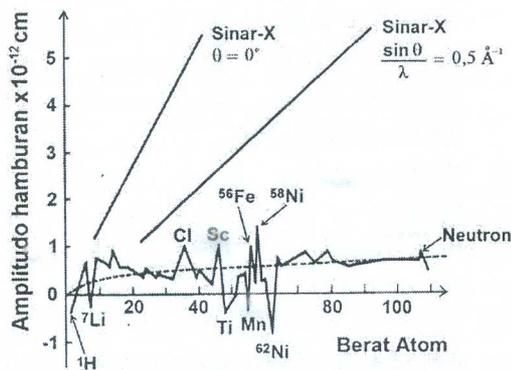


Gambar 4. Pola difraksi sinar-x dari FIC2, hasil analisis dengan metode Rietveld menggunakan program FullProf.

Pola difraksi sinar-x hasil analisis dengan metode Rietveld menggunakan program FullProf dari FIC2 ditunjukkan pada Gambar 4. Analisis data difraksi yang kedua ini juga dilakukan dengan input parameter kristal yang sama dengan analisis yang pertama. Tampak pada Gambar 4 bahwa kualitas *fitting* pola difraksi hasil perhitungan terhadap pola difraksi hasil pengamatan

tidak sebaik pada Gambar 3. Hal ini dapat dilihat dengan mudah pada pola (grafik) selisih antara intensitas hasil pengamatan terhadap perhitungan. Pada Gambar 4 terlihat adanya deviasi selisih intensitas pengamatan-perhitungan yang lebih besar dibandingkan deviasi tersebut pada Gambar 3, terutama untuk profil puncak difraksi tertinggi pada $2\theta \approx 44,5^\circ$.

Oleh karena itu, *refinement* pada data difraksi sinar-x ini dicapai pada harga χ^2 yang lebih besar yakni 6,07. Parameter kisi dan fraksi massa masing-masing fasa berdasarkan data XRD ditunjukkan pada Tabel 4. Tampak pada Tabel 4 bahwa cuplikan FIC2 terdiri dari fasa Fe dan $\gamma\text{Fe}_2\text{O}_3$ berturut-turut sebanyak 99,96 dan 0,04 %; sedangkan keberadaan fasa Fe_3O_4 tidak teramati.



Gambar 5. Grafik panjang hamburan neutron sebagai fungsi berat atom^[10].

Dari data-data difraksi di atas (Gambar 3 dan 4 serta Tabel 4) dapat disimpulkan bahwa teknik difraksi neutron lebih akurat untuk analisis kualitatif dan kuantitatif PNF dibanding teknik difraksi sinar-x. Hal ini dimungkinkan karena di dalam PNF terdapat atom-atom ringan, O ($Z=16$) ditengah-tengah atom berat, Fe ($Z=56$), dimana amplitudo hamburan sinar-x atom Fe sekitar empat kali lebih besar dari amplitudo hamburan sinar-x dari atom O. Karena intensitas berbanding lurus dengan kuadrat amplitudo, maka intensitas hamburan sinar-x dari atom Fe sekitar 16 kali lebih besar dari intensitas hamburan sinar-x dari atom O. Dengan demikian

intensitas difraksi dari atom-atom oksigen tertutupi oleh intensitas difraksi dari atom-atom besi. Grafik hubungan antara panjang hamburan neutron terhadap berat atom ditunjukkan pada Gambar 5^[10].

Di sisi lain, panjang hamburan neutron dari atom ringan, seperti O ($b = 5,80$ fm, dimana $1 \text{ fm} = 10^{-15} \text{ m}$) sepadan dengan panjang hamburan dari atom berat, seperti Fe ($b = 9,45$ fm). Dengan demikian, intensitas difraksi dari atom-atom oksigen hampir sama kuat dengan intensitas difraksi dari atom-atom besi. Jadi, derajat ketelitian teknik difraksi neutron dalam mendeteksi keberadaan atom-atom ringan, seperti oksigen, kurang lebih sama dengan derajat ketelitian neutron dalam mendeteksi keberadaan atom-atom berat, seperti besi. Oleh karena itu pula, fraksi berat fasa Fe, Fe_3O_4 dan $\gamma\text{Fe}_2\text{O}_3$ di dalam FIC2 berdasarkan data dari HRPD (Tabel 4) lebih mendekati kebenaran dibandingkan data dari XRD pada tabel yang sama.

SIMPULAN

Dari hasil penelitian dengan teknik difraksi neutron tentang analisis keberadaan fasa-fasa minor dalam cuplikan partikel nano Fe (PNF) hasil proses sintesis dengan metode *milling* energi tinggi, diperoleh data bahwa PNF terdiri dari fasa Fe, $\gamma\text{Fe}_2\text{O}_3$, dan Fe_3O_4 , ukuran partikel $D \approx 106$ nm dan bersifat superparamagnetik dengan harga magnetisasi, $M_s = 81,4$ emu/g. Kualitas *fitting* pola difraksi neutron lebih baik dari kualitas *fitting* pola difraksi sinar-X. Teknik difraksi sinar-x hanya dapat mendeteksi keberadaan fasa Fe dan $\gamma\text{Fe}_2\text{O}_3$, sedangkan metode difraksi neutron, selain dapat mengungkap keberadaan fasa Fe dan $\gamma\text{Fe}_2\text{O}_3$, juga fasa minor Fe_3O_4 . Teknik difraksi neutron lebih akurat untuk analisis kualitatif dan kuantitatif PNF dibanding teknik difraksi sinar-X.

Ucapan terimakasih

Ucapan terimakasih disampaikan kepada Kepala Pusat Sains dan Teknologi Bahan Maju (PSTBM), Drs. Gunawan, M.Sc. dan Kepala TBN, Drs. Sutiarso, M.Sc., Ph.D. atas dukungannya. Terimakasih juga disampaikan kepada rekan-rekan peneliti Ibu Andon, dan Bapak Tri Hardi atas dukungannya.

DAFTAR PUSTAKA

- [1] Husna Al Hasa, M., Anwar Muchsin, Futichah, Ahmad Paid, Hadi Djaya. (2010). Sintesis Paduan Aluminium Fero Nikel Sebagai Bahan Struktur Cladding Elemen Bakar Nuklir. *Jurnal Ilmiah Daur Bahan Bakar Nuklir 'Urania'*, Vol. 16, No. 2, Hal. 47-55.
- [2] Agoeng Kadarjono dan Supardjo. (2010). Pembuatan Logam Uranium dari UF₄ dengan Metode Proses Reduksi Kalsiothermik. *Jurnal Ilmiah Daur Bahan Bakar Nuklir 'Urania'*, Vol. 16, No. 3, Hal. 105-114.
- [3] Jan Setiawan, Masripah, Ratih Langenati. (2011). Karakterisasi Morfologi dan Struktur Kristal Serbuk UO₂ dari Yellow Cake dengan Variasi Temperature Pengendapan ADU. *Jurnal Ilmiah Daur Bahan Bakar Nuklir 'Urania'*, Vol. 17, No. 10, Hal. 9-17.
- [4] Hewat, A. W. (1993). *Neutron Powder Diffraction and Oxide Superconductors*. International Journal of Modern Physics, Vol. B7, No. 16, 17, Page 3077-3093.
- [5] Howard, C. J., & Kennedy, S.J. (1994). *Neutron Diffraction*. *Materials Forum*, Vol. 18, Page 155-176.
- [6] Engkir Sukirman and Yosef Sarwanto. (2014). X-rays Diffraction Study on the Iron Nanoparticles Prepared by Two Step Milling Method. *JUSAMI*, Vol. 15, No. 2, Page 1-8.
- [7] Fajar, A., & Mugirahardjo, H. (2009). Efek Sudut Divergensi Horizontal Kolimator-3 Terhadap Performa Difraktometer Neutron Serbuk DN3. *Prosiding Seminar Nasional Hamburan Neutron dan Sinar-X ke 7*, 27 Oktober 2009. Serpong.
- [8] Juan Rodriguez-Carvajal. (November 5, 2014). *An Introduction to The Program FullProf 2000*. Laboratoire Leon Brillouin, France. <http://www-llb.cea.fr/fullweb/powder.htm>
- [9] Crystallography Open Data Base Search. (January 20, 2014). <http://www.crystallography.net/search.html>,
- [10] Duijn, H. G. M. (February 10, 2014). *Magnetotransport and Magnetocaloric Effects in Intermetallic Compounds*. Dissertation, Faculty of Science, University of Amsterdam. <http://dare.uva.nl/document/83097>.