

BAB II

DASAR TEORI

2.1 DIFRAKSI SINAR X

Sinar X merupakan radiasi elektromagnetik dengan panjang gelombang lebih pendek daripada radiasi ultra ungu yang dihasilkan dari penembakan atom-atom dengan partikel-partikel yang memiliki energi kuantum tinggi. Apabila sinar X dijatuhkan pada kristal maka radiasi tersebut akan didifraksikan dengan pola difraksi tertentu yang tergantung pada bidang-bidang antar kisi kristal itu sendiri (Isaacs, 1994).

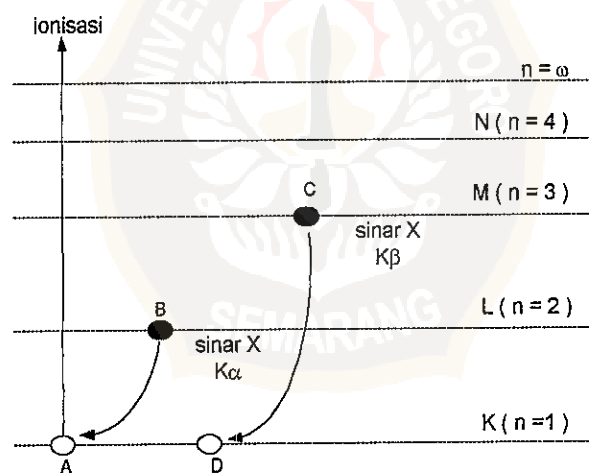
2.1.1 Spektrum Sinar X

Spektrum yang dipancarkan oleh sinar X dapat dibedakan menjadi dua komponen yaitu: spektrum yang bersifat kontinu yang penyebarannya meliputi seluruh panjang gelombang dan spektrum yang bersifat diskrit (karakteristik).

Pada spektrum kontinu atau disebut juga dengan sinar X Bremsstrahlung, sinar X diproduksi dengan menembaki target sebagai anoda dengan elektron cepat dari filamen yang bertindak sebagai katoda dengan menaikkan potensial listrik. Hal tersebut menyebabkan elektron dengan energi tinggi mengalami perlambatan ketika bertumbukan dengan atom-atom materi dan menghasilkan pancaran foton sinar X (Krane, 1992). Dan pada saat berkas elektron menumbuk target, sebagian besar energi elektron tersebut hilang dalam bentuk panas dan sebagian energi

lainnya hilang untuk memproduksi sinar X, namun ada kemungkinan semua energi elektron tersebut diubah menjadi foton sinar X (Akhadi, 2000).

Pada spektrum diskrit (karakteristik), sinar X diproduksi karena adanya transisi elektron antara berbagai tingkat energi dari sebuah atom yaitu dari tingkat energi lebih tinggi ke tingkat energi lebih rendah. Elektron yang dipercepat mempunyai energi yang cukup untuk menolak salah satu dari elektron-elektron dengan tingkat energi terendah dari kulitnya. Kekosongan pada kulit terendah akan diisi oleh salah satu dari elektron-elektron dari tingkat energi yang lebih tinggi. Dan selama pemindahan ini, dipancarkan foton sinar X dengan energi foton sama dengan beda energi keadaan awal dan akhir elektron yang bertransisi (Krane, 1992).



Gambar 2-1. Produksi sinar X yang bersifat diskrit (Akhadi, 2000).

Dari gambar 2-1 dapat dijelaskan: jika elektron jatuh dari kulit yang berdekatan letaknya (kulit K mengalami kekosongan dan diisi elektron dari kulit L), maka radiasi yang dipancarkan disebut radiasi K_{α} . Jika kekosongan pada kulit K didisi dengan elektron dari kulit M maka memancarkan radiasi K_{β} , dan

selanjutnya untuk kulit yang mempunyai tingkat energi yang lebih tinggi adalah sama (Smallman, 1991).

Untuk spektrum yang bersifat karakteristik tergantung pada atom dalam bahan target itu sendiri, dengan frekuensi transisi (ν) K_{α} pada sebuah atom yang bernomor atom Z diberikan oleh (Cullity, 1978):

$$\sqrt{\nu} = C(Z - \sigma) \quad (2-1)$$

dimana C dan σ adalah konstan.

Radiasi K_{α} dan K_{β} inilah yang merupakan spektrum sinar X yang bersifat karakteristik. Intensitas radiasi bergantung pada kemungkinan transisi elektron, makin besar kemungkinan transisi elektron terjadi maka makin besar intensitasnya sedang kemungkinan transisi ditentukan oleh besarnya loncatan dalam satuan energi (Beiser, 1990).

Intensitas pada spektrum karakteristik diukur di atas spektrum kontinu, yang besarnya tergantung pada arus dan tegangan tabung yang melewatinya. Bertambah besar potensial listrik yang diberikan semakin meningkat intensitas sinar Xnya, dengan tidak merubah panjang gelombang pada spektrum kontinunya. Intensitas pada kulit K dapat dituliskan (Cullity, 1987):

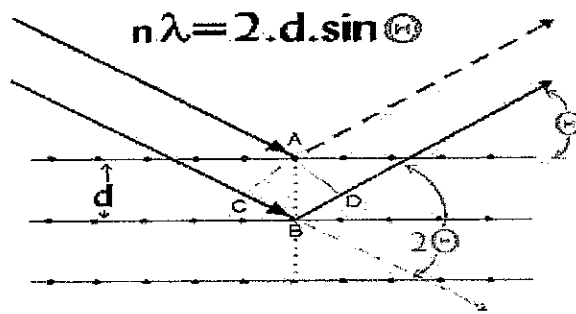
$$I_K = B i (V - V_k)^n \quad (2-2)$$

Dimana B adalah konstan, V_k adalah tegangan yang melewati kulit K, dan n adalah sebuah konstanta dimana nilainya kurang lebih 1,5 yang tergantung pada V .

2.1.2 Teori Bragg

Pengujian kristal dengan menggunakan difraksi sinar X adalah untuk menentukan jarak antara dua bidang kristal dengan mengetahui panjang gelombang sinar X, dengan mengukur sudut berkas sinar X yang terdifraksi. Analisa struktur kristal ini awalnya didasarkan atas hipotesa Laue tentang efek interferensi dari sinar X pada suatu kristal. Yang menyatakan bahwa sinar X merupakan gelombang elektromagnet yang apabila dijatuhkan pada kristal yang mempunyai jarak antar atom kira-kira sama dengan panjang gelombang sinar X tersebut, maka akan menunjukkan gejala difraksi. Kemudian oleh Bragg, hipotesa tersebut dianalisa kembali dan disusun dalam bentuk matematika yang dapat digunakan untuk menerangkan struktur kristal (Smallman, 1983).

Bila sinar X jatuh pada bahan kristal, maka sinar X tersebut akan didifraksikan yang artinya adalah sinar sefasa akan diperkuat dan yang tidak sefasa akan saling meniadakan. Gambar 2-2 menunjukkan berkas sinar X dengan panjang gelombang λ tertentu jatuh dengan membentuk sudut θ pada sekumpulan bidang kristal berjarak d . Sinar X yang dipantulkan dengan sudut θ hanya dapat tampak jika berkas-berkas dari tiap-tiap bidang yang berdekatan saling menguatkan. Oleh sebab itu jarak tambahan satu berkas yang dihamburkan dari setiap bidang yang berdekatan serta menempuh jarak sesuai dengan perbedaan kisi, yaitu sama dengan integral dari panjang gelombang $n\lambda$.



Gambar 2-2. Difraksi sinar X pada kristal (Cullity, 1978)

Pada gambar 2-2 memperlihatkan bahwa berkas sinar X kedua yang dihamburkan oleh atom B akan menempuh jarak yang lebih jauh bila dibandingkan dengan sinar X yang dihamburkan oleh berkas datang yang pertama oleh atom A yaitu sebanyak $CB + BD$ sehingga (Smallman, 1983):

$$n\lambda = CB + BD \quad (2-3)$$

dengan CB atau BD adalah sama dengan $BA \sin \theta$ sehingga:

$$n\lambda = 2BA \sin \theta \quad (2-4)$$

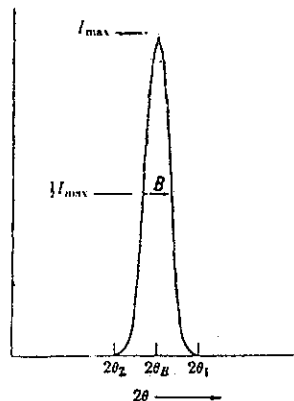
dan BA adalah sama dengan jarak antar bidang dalam kristal:

$$n\lambda = 2d \sin \theta \quad (2-5)$$

Persamaan (2-5) dikenal dengan persamaan Bragg dan sudut θ yang memenuhi persamaan tersebut disebut dengan sudut Bragg. Dengan n adalah bilangan bulat untuk urutan maksimum-maksimum interferensi ($n = 1, 2, 3, \dots$), dan pada syarat untuk terjadinya proses difraksi $n\lambda$ lebih kecil dari $2d$ sehingga nilai $n = 1$ (Cullity, 1978).

2.1.3 Metode Debye-Scherrer

Metode ini digunakan untuk memperkirakan ukuran tebal dari kristal yaitu dengan mengukur lebar kurva dari pola difraksi tersebut.



Gambar 2-3 Kurva difraksi untuk menentukan ukuran butir kristal (Cullity, 1978)

Gambar 2-3 di atas menunjukkan kurva pada proses difraksi dimana kurva akan semakin sempit bila ketebalan kristal bertambah. $2\theta_B$ menunjukkan sudut difraksi pada saat intensitas maksimum, dimana nilainya tidak lebih besar dari $2\theta_1$ atau lebih kecil dari $2\theta_2$. Lebar B merupakan lebar setengah puncak maksimum (FWHM) yang diukur dalam satuan radian dapat dituliskan:

$$B = 1/2 (2\theta_1 - 2\theta_2) \quad (2-6)$$

Didapatkan nilai ketebalan sebuah kristal sebesar:

$$t = \frac{0,9 \lambda}{B \cos \theta_B} \quad (2-7)$$

Persamaan (2-7) dikenal dengan formula Scherrer. λ merupakan panjang gelombang sinar X yang digunakan dan 0,9 menunjukkan nilai kekasaran untuk suatu bahan.

2.1.4 Parameter Kisi Pada Kristal

Arah berkas sinar X yang dipantulkan ditentukan oleh geometri kisi atau sebaliknya geometri kisi ditentukan oleh orientasi dan jarak antar bidang kristal. Persamaan umum jarak antar bidang untuk kristal sistem kubik dengan sel satuan a adalah (Smallman, 1983):

$$d_{hkl} = \frac{a}{\sqrt{h^2 + k^2 + l^2}} \quad (2-8)$$

Jika disubstitusikan dalam persamaan (2-5) menjadi

$$\sin^2 \theta = \frac{\lambda^2}{4a^2} (h^2 + k^2 + l^2) \quad (2-9)$$

Sedangkan pada kristal hexagonal diberikan ukuran parameter kisi sel satuan a dan c , sudut-sudut dimana berkas sinar X didifraksikan dari bidang-bidang kristal (hkl) dapat dihitung dari rumus jarak antar bidang:

$$\frac{1}{d^2} = \frac{4}{3} \frac{(h^2 + hk + k^2)}{a^2} + \frac{l^2}{c^2} \quad (2-10)$$

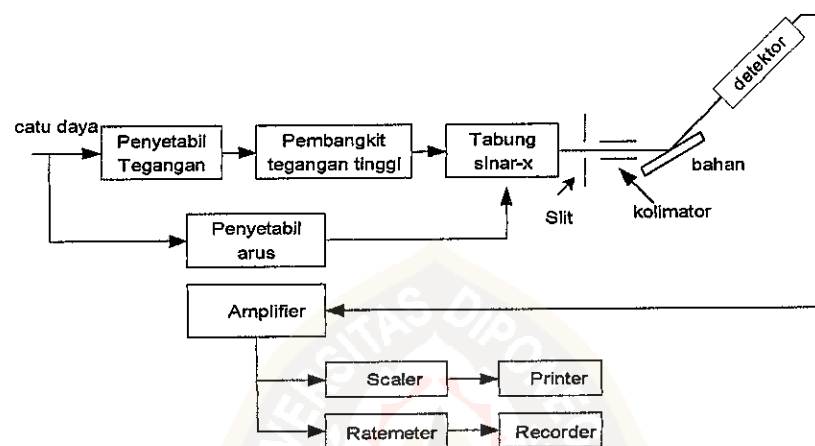
Dan apabila persamaan (2-10) dikombinasikan dengan hukum Bragg pada persamaan 2-5, didapatkan (Cullity, 1978):

$$\sin^2 \theta = A(h^2 + hk + k^2) + Cl^2 \quad (2-11)$$

dengan $A = \lambda^2/3a^2$ dan $C = \lambda^2/4c^2$. Persamaan (2-9) dan persamaan (2-11) meramalkan semua sudut Bragg yang menimbulkan difraksi dari berbagai bidang kristal (hkl) untuk panjang gelombang λ tertentu dan bentuk sel satuan tertentu dalam kristal dengan parameter kisi sel satuan a dan c .

2.2 DIFRAKTOMETER SINAR X

Difraktometer sinar X adalah suatu alat yang dapat digunakan untuk mengetahui struktur kristal dengan memanfaatkan proses difraksi sinar X dengan panjang gelombang yang sudah diketahui. Gambar 2-4 menunjukkan komponen dasar dari difraktometer sinar X yang terdiri dari: pembangkit sinar X, kolimator, monokromator, dan detektor.



Gambar 2-4. Komponen dasar instrumentasi spektroskopi sinar X (Khandpur, 1989).

2.2.4 Pembangkit Sinar X

Sinar X dibangkitkan dalam tabung sinar X vakum yang terdiri dari katoda panas sebagai penghasil elektron dan target sebagai anoda. Sinar X dihasilkan ketika elektron dengan kecepatan tinggi dikenakan pada logam target. Perpindahan elektron-elektron akan menghasilkan energi kinetik pada atom-atom bahan target. Sebagian energi kinetik ini memancarkan sinar X dalam spektrum kontinu dengan tingkat panjang gelombang yang lebar. Pelebaran ini pada intensitas maksimum, dan mendekati panjang gelombang pendek bila intensitas

menurun. Maka dari itu, pemancaran tingkat panjang gelombang lebar pada unsur target dipengaruhi tegangan yang dilewatkan pada tabung sinar X itu sendiri.

2.2.5 Kolimator

Kolimator berfungsi sebagai pengumpul berkas sinar X, pengumpulan berkas sinar X ini dapat dicapai dengan menggunakan pelat logam paralel dengan diameter $\leq 0,55$ mm. Untuk menghasilkan resolusi tinggi dilakukan dengan cara mengurangi jarak pemisah antar pelat logam yang terdapat dalam kolimator. Kolimator ini dapat ditempatkan antara spesimen dengan penganalisa kristal, atau antara penganalisa kristal dengan detektor (Khandpur, 1989).

2.2.3 Monokromator

Sumber radiasi yang umum digunakan biasanya menghasilkan radiasi kontinu dalam kisaran panjang gelombang yang lebar. Oleh karena itu digunakan monokromator untuk menghasilkan sinar X yang benar-benar monokromatis dengan panjang gelombang tunggal. Berkas yang monokromatis dapat dihasilkan dengan menggunakan filter. Filter ini akan menyerap radiasi dari panjang gelombang lain yang tidak dibutuhkan dan hanya meneruskan radiasi pada daerah panjang gelombang tertentu sehingga dihasilkan radiasi tunggal. Pada monokromator, radiasi polikromatik ini akan diuraikan menjadi jalur-jalur yang efektif dalam panjang gelombang tunggalnya dan memisahkan panjang gelombang-gelombang tersebut menjadi jalur-jalur yang sempit (Cullity, 1978).

2.2.4 Detektor

Detektor merupakan alat yang digunakan untuk mengubah radiasi datang menjadi pulsa listrik, detektor yang biasa digunakan untuk mendeteksi sinar X adalah detektor semikonduktor. Pada saat foton sinar X mengenai detektor, terjadi perubahan pasangan hole-elektron. Tumbukan foton awal diubah menjadi suatu aliran elektron dan mengumpul di elektroda dan diubah menjadi arus listrik yang besarnya adalah sebanding dengan energi sinar X tersebut. Banyaknya pulsa listrik menyatakan besarnya intensitas berkas sinar X (Khandpur, 1989).

2.2.5 Ratemeter

Alat ini terdiri dari dua bagian yaitu sebagai penguatan pulsa dan pembentukan pulsa. Secara elektronik mengubah nilai pencacahan pulsa rata-rata dalam bentuk pulsa persegi untuk amplitudo dan pencacahan yang berubah-ubah. Dimana nilai pulsa yang dihasilkan di dalam ratemeter berupa intensitas sinar X (Cullity, 1978).

Difraktometer otomatis dapat dibuat dengan memodifikasi instrumen atau dengan membuat mesin seperti aslinya. Pengotomatisan tersebut seperti: otomatis perubahan spesimen dan otomatis sudut langkah detektor. Otomatis sudut langkah detektor dapat dikontrol menggunakan komputer, detektor digerakkan ke setiap sudut bergantian secara otomatis dan pada setiap sudut intensitas difraksi diukur (Cullity, 1978).

Selain dapat dikontrol menggunakan komputer, sudut langkah detektor dapat dikontrol menggunakan instrumen elektronika seperti sistem pengendali

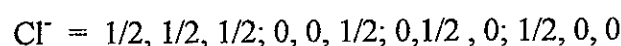
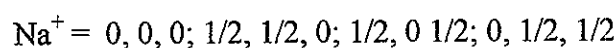
mikro 8031. Pengendali mikro 8031 mengendalikan pergerakan motor langkah untuk mengubah sudut langkah detektor pada difraktometer dalam kenaikan sudut terkecil secara otomatis. Pengukuran jangkauan kenaikan sudut difraksi 0° sampai 60° dapat dilakukan dengan pemrograman untuk menghasilkan kenaikan sudut yang tetap yaitu sebesar $0,05^\circ$ (Ardianto, 2002).

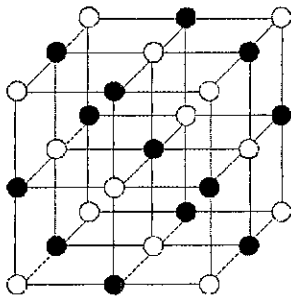
2.3 Kajian Kristal

Hal yang pokok dalam mempelajari ataupun meneliti suatu bahan adalah meneliti sifat bahan tersebut ketika dalam bentuk *monocrystal*, namun dapat juga meneliti sifat-sifat bahan ketika dalam bentuk *polycrystal*. Karena pada hakekatnya adalah sama yang membedakan adalah *polycrystal* memiliki batas butir (Wahjuniati, 2002).

2.3.1 Monocrystal

Kristal NaCl merupakan *monocrystal* kisi *fcc* yang mempunyai dua subkisi kubik yaitu satu pada titik asal ion Na^+ yang terletak pada 0, 0, 0 dan yang lain pada titik asal ion Cl^- dengan kedudukan di tengah-tengah sepanjang sisi kubus, misal pada titik 1/2, 0, 0. Gambar 2-5 menunjukkan struktur kristal NaCl dimana setiap satu unit selnya terdapat empat molekul yaitu dengan posisi ion-ionnya (Puri, 1997):





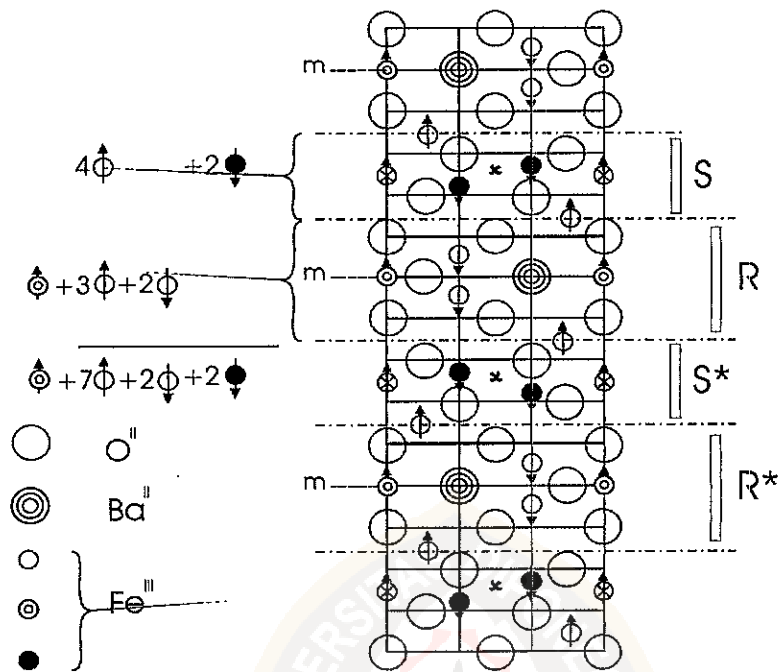
Gambar 2-5. Struktur Kristal NaCl (Puri, 1997).

2.3.2 Polycrystal

Polycrystal yang digunakan adalah barium ferit ($\text{BaO} \cdot 6(\text{Fe}_2\text{O}_3)$) yang merupakan keramik magnetik. Keramik magnetik merupakan *polycrystal* yang bahan-bahannya tersusun dari senyawa anorganik bukan logam dan pengolahannya melalui perlakuan temperatur tinggi. Keramik magnet umumnya merupakan golongan ferit Fe_2O_3 sebagai komponen utama. Bahan tersebut kemudian mengalami pengembangan menjadi ferit besi yang mempunyai rumus umum $\text{MO} \cdot 6(\text{Fe}_2\text{O}_3)$ dimana M adalah Ba atau Sr atau kombinasi keduanya (Idayanti, 2002). Barium ferit $\text{BaO} \cdot 6(\text{Fe}_2\text{O}_3)$ termasuk dalam material ferit kelas keras atau permanen. Material ini mempunyai sifat-sifat yaitu dapat menghasilkan medan magnet besar, mempunyai stabilitas tinggi terhadap temperatur dan waktu, mempunyai ketahanan yang baik terhadap gangguan dari luar, mempunyai koersitivitas dan remanen yang tinggi sehingga dapat menghasilkan produk energi yang tinggi pula (Wibowo, 2001).

Gambar 2-6 menunjukkan struktur $\text{BaO} \cdot 6(\text{Fe}_2\text{O}_3)$ yang merupakan kristal hexagonal, dimana atom-atom oksigen terletak di dalam setiap 5 lapisan ion O^{2-} dan Ba^{+2} . Memiliki perbandingan satu berbanding tiga dan ion Fe^{3+} disusun dalam

5 sisi interstisial yang berbeda. Dua macam ion Fe^{3+} dikelilingi 5 atom oksigen untuk membentuk sistem trigonal (Wibowo, 2001).



Gambar 2-6. Struktur Barium Ferrite (Smit & Wijn, 1959).