

KARAKTERISASI MATERIAL MENGGUNAKAN XRF, XRD DAN SEM-EDX

Leni Juwita

Pendahuluan

Teknik pemeriksaan material yang digunakan pada penelitian ini adalah X Ray Fluoresence (XRF), X Ray Diffraction (XRD) dan Scanning Electron Microscopy (SEM) yang dipadukan dengan Energy Dispersive X Ray Analyzer (EDX) pada sampel yang tidak diketahui jenis serta komposisi material tersebut. Perlu disadari bahwa tidak ada satu pun teknik laboratorium yang mampu mengamati seluruh data yang diperlukan. Satu teknik pengamatan akan melengkapi teknik lainnya.

Bidang metalografi mengandalkan teknik pengamatan dengan mikroskop optik. Identifikasi fasa telah dihimpun dalam berbagai literatur, dengan prinsip perbedaan reaksi permukaan logam terhadap zat etsa berikut cara penyinarannya di mikroskop metalurgi (bright field/ dark field/ polarisasi dst). Dengan SEM pengamatan metalografi dapat ditambah dengan tampilan dari EDX. Dari sini diperoleh indikasi adanya unsur-unsur kimia yang ada pada spesimen. Keunggulan analisis kimia pada SEM-EDX adalah kemampuannya untuk mengamati daerah yang sangat sempit.

Tentu saja analisis unsur kimia terhadap sampel akan lebih teliti bila dilakukan dengan teknik XRF. Dengan XRF kita dapat menganalisa unsur-unsur apa saja yang membangun material yang kita amati, walaupun untuk unsur ringan tidak dapat diamati. Kelemahan dari metode XRF adalah tidak dapat mengetahui senyawa apa yang dibentuk oleh unsur-unsur yang terkandung dalam material yang akan kita teliti. Dan kita tidak dapat menentukan struktur dari atom yang membentuk material itu.

Penentuan sel satuan dari spesimen tentu saja tidak dapat dilakukan dengan SEM. Untuk itu perlu dilakukan pemeriksaan XRD pada bulk sampel, dengan adanya pola difraksi maka dapat dideteksi struktur kristal, parameter kisi, dan posisi atom.

X-Ray Fluoresence

Metode XRF secara luas digunakan untuk menentukan komposisi unsur suatu material. Karena metode ini cepat dan tidak merusak sampel, metode ini dipilih untuk aplikasi di lapangan dan industri untuk kontrol material. Tergantung pada penggunaannya, XRF dapat dihasilkan tidak

hanya oleh sinar X tetapi juga sumber eksitasi primer yang lain seperti partikel alfa, proton atau sumber elektron dengan energi yang tinggi.

Apabila terjadi eksitasi sinar X primer yang berasal dari tabung X ray atau sumber radioaktif mengenai sampel, sinar X dapat diabsorpsi atau dihamburkan oleh material. Proses dimana sinar X diabsorpsi oleh atom dengan mentransfer energinya pada elektron yang terdapat pada kulit yang lebih dalam disebut efek fotolistrik. Selama proses ini, bila sinar X primer memiliki cukup energi, elektron pindah dari kulit yang di dalam menimbulkan kekosongan. Kekosongan ini menghasilkan keadaan atom yang tidak stabil. Apabila atom kembali pada keadaan stabil, elektron dari kulit luar pindah ke kulit yang lebih dalam dan proses ini menghasilkan energi sinar X yang tertentu dan berbeda antara dua energi ikatan pada kulit tersebut. Emisi sinar X dihasilkan dari proses yang disebut X Ray Fluorescence (XRF). Proses deteksi dan analisa emisi sinar X disebut analisa XRF. Pada umumnya kulit K dan L terlibat pada deteksi XRF. Jenis spektrum X ray dari sampel yang diradiasi akan menggambarkan puncak-puncak pada intensitas yang berbeda.

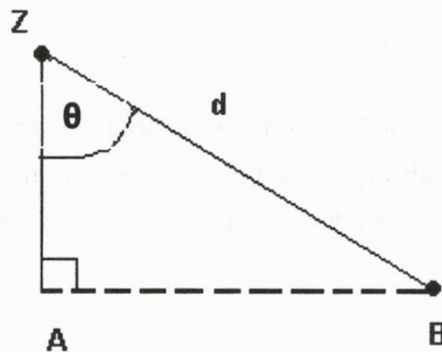
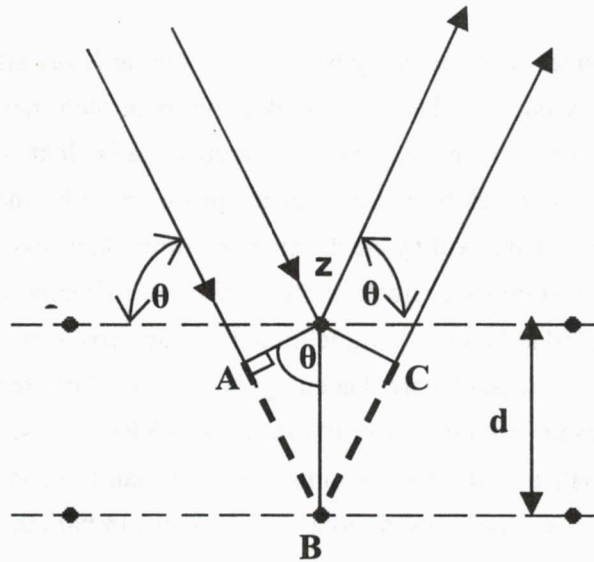
X-Ray Diffraction

Sinar X ditemukan pertama kali oleh Wilhelm Conrad Rontgen pada tahun 1895, di Universitas Wurtzburg, Jerman. Karena asalnya tidak diketahui waktu itu maka disebut sinar-X. Untuk penemuan ini Rontgen mendapat hadiah nobel pada tahun 1901, yang merupakan hadiah nobel pertama di bidang fisika.

Sejak ditemukannya, sinar X telah umum digunakan untuk tujuan pemeriksaan tidak merusak pada material maupun manusia. Disamping itu, sinar X dapat juga digunakan untuk menghasilkan pola difraksi tertentu yang dapat digunakan dalam analisis kualitatif dan kuantitatif material.

Pada waktu suatu material dikenai sinar X, maka intensitas sinar yang ditransmisikan lebih rendah dari intensitas sinar datang. Hal ini disebabkan adanya penyerapan oleh material dan juga penghamburan oleh atom-atom dalam material tersebut.

Berkas sinar X yang dihamburkan tersebut ada yang saling menghilangkan karena fasanya berbeda dan ada juga yang saling menguatkan karena fasanya sama. Berkas sinar X yang saling menguatkan itulah yang disebut sebagai berkas difraksi. **Hukum Bragg** merupakan perumusan matematika tentang persyaratan yang harus dipenuhi agar berkas sinar X yang dihamburkan tersebut merupakan berkas difraksi.



Gambar 1. Skema difraksi sinar X oleh atom-atom dalam kristal.

Tinjau sinar datang yang menumbuk pada titik pada bidang pertama dan dihamburkan oleh atom z. Sinar datang yang kedua menumbuk bidang berikutnya dan dihamburkan oleh atom B, sinar ini harus menempuh jarak $AB + BC$, bila dua sinar tersebut paralel dan satu fasa (saling menguatkan). Jarak tempuh ini adalah merupakan kelipatan (n) panjang gelombang (λ), sehingga persamaan menjadi : $n \lambda = AB + BC$

Dari gambar terlihat : $AB = d \sin \theta$, karena $AB = BC$ persamaan menjadi :

$$n \lambda = 2 AB$$

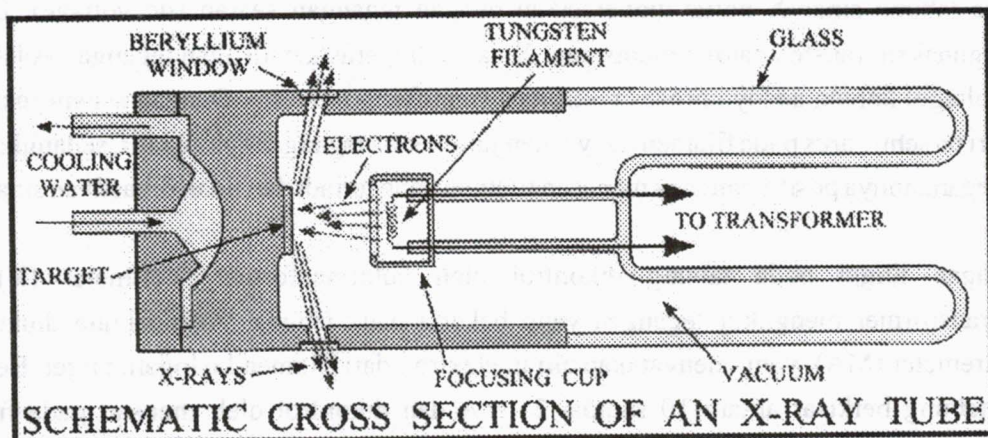
Substitusi persamaan menjadi :

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

Sinar X dihasilkan dari tumbukan antara elektron kecepatan tinggi dengan logam target. Dari prinsip dasar ini, maka alat untuk menghasilkan sinar X harus terdiri dari beberapa komponen utama, yaitu :

- a. Sumber elektron (katoda)
- b. Tegangan tinggi untuk mempercepat elektron
- c. Logam target (anoda)

Ketiga komponen tersebut merupakan komponen utama suatu tabung sinar X. Skema tabung sinar X dapat dilihat pada **Gambar 2**.



Gambar 2. Skema tabung Sinar X

Tabung sinar X terdiri dari tabung gelas yang telah divakumkan. Elektron berasal dari filamen yang dipanaskan, biasanya dibuat dari kawat wolfram dengan tegangan sekitar 4 sampai 12 volt dan arus sekitar 1,5 sampai 5 A. Elektron-elektron pada permukaan filamen dipercepat oleh karena adanya perbedaan tegangan yang tinggi antara filamen dan logam target, dengan demikian elektron dapat "ditarik" oleh logam target. Karena itu sebelum menaikkan tegangan maka arus tabung harus dinaikkan terlebih dahulu untuk menghindarkan terjadinya cold emission yang dapat merusak filamen. Filamen diselubungi dengan kotak logam yang bertegangan sama

dengan tegangan filamen, sehingga elektron akan difokuskan ke bagian kecil dari logam target, disebut titik fokus (focal spot). Dari titik fokus ini, sinar X akan diemisikan melalui jendela pada rumah tabung. Jendela ini bersifat transparan dan biasanya dibuat dari lembaran tipis beryllium. Beryllium dipilih karena mempunyai konduktivitas panas dan listrik yang cukup baik, sehingga dapat ditempatkan dekat logam target tanpa ada resiko pemanasan berlebihan dan charging akibat tumbukan dengan sinar X. Energi kinetik elektron yang menumbuk logam target adalah :

$$E_k = \frac{1}{2} m v^2 = eV$$

Dimana m adalah massa elektron ($9,11 \times 10^{-31}$ kg) v adalah kecepatan elektron sebelum tumbukan, e adalah muatan elektron ($1,60 \times 10^{-19}$ coulomb) dan V adalah beda tegangan antara katoda dan anoda.

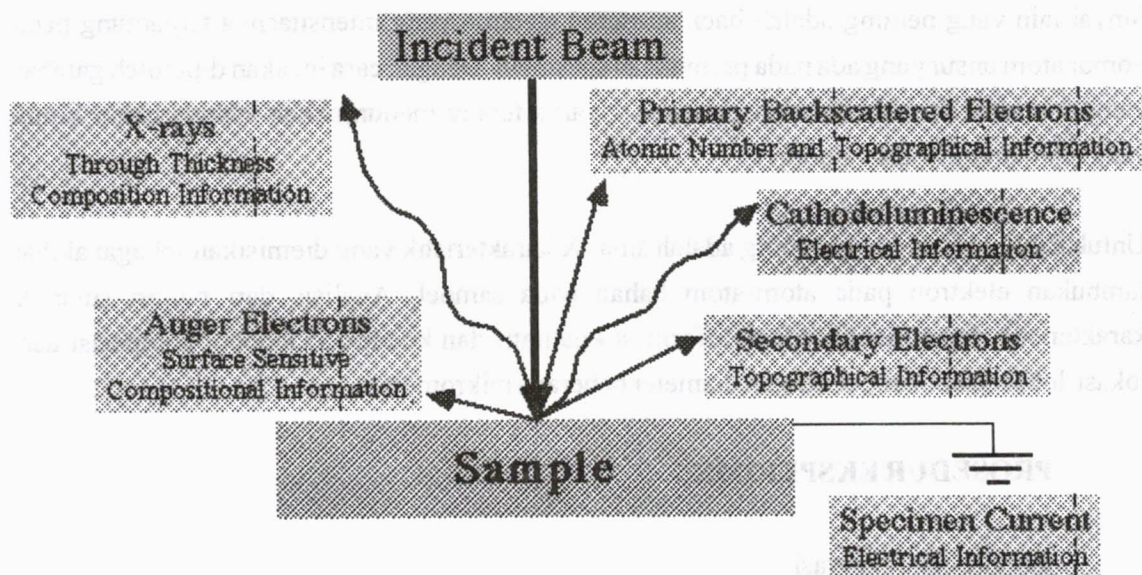
Efisiensi tumbukan untuk menghasilkan sinar X sangat rendah, yaitu hanya sekitar 1 % dari energi yang digunakan untuk menghasilkan sinar X, sisanya diubah menjadi panas. Karena alasan tersebut maka setiap tabung sinar X harus dilengkapi dengan sistem pendingin yang baik. Walaupun elektron mengalir ke satu arah (dari filamen ke logam target), tidak berarti bahwa tabung sinar X harus dioperasikan dengan tegangan searah (dc voltage). Dengan menggunakan transformator, tabung sinar X dapat dioperasikan dengan tegangan bolak-balik (ac voltage) karena adanya proses rektifikasi (rectifying process). Dengan sistem rektifikasi sendiri tersebut, arus pada filamen hanya mengalir ketika tegangannya negatif, sedangkan pada saat tegangannya positif hanya pemanasan filamen yang terjadi dan tidak dihasilkan sinar X.

Tegangan tinggi pada tabung dikontrol oleh autotransformer. Voltmeter (V) pada autotransformer mengukur tegangan yang bekerja pada tabung. Arus tabung diukur oleh amperemeter (MA), yang menyatakan aliran elektron dari filamen ke logam target. Besarnya arus tabung berkisar antara 10 sampai 25 mA dan dikontrol oleh rheostat pada filamen. Rheostat tersebut mengontrol output tegangan transformator filamen, tegangan ini menentukan arus filamen, dengan demikian juga menentukan temperatur filamen dan jumlah elektron yang dikeluarkan setiap detik. Tabung sinar X dapat menjadi tidak berfungsi karena keausan filamen atau pemakaian melampaui daya yang diijinkan. Ukuran diameter kawat filamen akan berkurang dengan waktu, karena efek penguapan dari wolfram. Dengan semakin seringnya dipakai, maka diameter akan semakin mengecil sampai akhirnya dapat terbakar. Umur filamen pada kondisi kerja maksimum adalah 2000 jam. Pemakaian di bawah kondisi kerja maksimum dapat memperpanjang umur filamen.

Semua tabung sinar X mempunyai daya maksimum yang tidak boleh dilewati agar tidak merusak tabung. Batas ini dikontrol oleh jumlah panas yang dapat dihantarkan oleh logam target dan biasanya dinyatakan oleh pabrik pembuat tabung sebagai arus maksimum (mA) untuk tegangan tabung tertentu (kV). Ukuran dan bentuk titik focus (focal spot) harus dibuat sekecil mungkin sehingga energi elektron terpusat pada bagian kecil permukaan target. Dengan demikian intensitas sinar X yang dihasilkan akan tinggi. Luas permukaan logam target yang terlalu kecil menguntungkan ditinjau dari ukuran titik fokus yang dihasilkan, tetapi proses pendinginan akan berjalan lambat. Karena itu, dalam perancangan tabung sinar X, logam target tidak dibuat tegak lurus terhadap berkas elektron yang datang, melainkan dengan kemiringan tertentu. Dengan cara ini, maka luas permukaan logam target yang menghantar panas dapat dibuat lebih besar dan titik fokusnya juga berukuran kecil.

Scanning Electron Microscopy (SEM) & Energy Dispersive X Ray Analyzer (EDX)

Karena kepraktisan dan kehebatan kemampuannya teknik SEM telah dipakai secara luas. Kepraktisan dalam pengoperasiannya berpangkal terutama pada kemudahan dalam penyiapan spesimen yang jauh lebih sederhana daripada yang digunakan pada teknik TEM. Kemampuan / keunggulan SEM terutama disebabkan oleh beragamnya sinyal yang dihasilkan oleh interaksi antara berkas elektron dengan spesimen (**Gambar 4**). Deteksi dan pengolahan terhadap sinyal yang beragam itu menghasilkan berbagai tampilan data.



Gambar 4. Sinyal hasil interaksi berkas elektron dengan spesimen

Ditinjau dari jalannya berkas media, SEM dapat dianalogikan dengan mikroskop optik metalurgi, sedangkan TEM analog dengan mikroskop optik biologi. SEM dan mikroskop optik metalurgi menggunakan prinsip refleksi, dalam arti permukaan spesimen memantulkan berkas media. TEM dan mikroskop optik biologi/kedokteran memakai prinsip transmisi, artinya berkas media menembus spesimen yang tipis.

Teknik SEM pada hakekatnya merupakan pemeriksaan dan analisis permukaan. Data atau tampilan yang diperoleh adalah data dari permukaan atau dari lapisan yang tebalnya sekitar 20 um dari permukaan. Gambar permukaan yang diperoleh merupakan gambar topografi dengan

segala tonjolan dan lekukan permukaan. Gambar topografi diperoleh dari penangkapan pengolahan elektron sekunder yang dipancarkan oleh spesimen. Kata kunci dari prinsip kerja SEM adalah scanning yang berarti bahwa berkas elektron "menyapu" permukaan spesimen, titik demi titik dengan sapuan membentuk garis demi garis, mirip seperti gerakan mata yang membaca. Sinyal elektron sekunder yang dihasilkannya adalah dari titik pada permukaan, yang selanjutnya ditangkap oleh SE detector dan kemudian diolah dan ditampilkan pada layar CRT (TV). Scanning coil yang mengarahkan berkas elektron bekerja secara sinkron dengan pengarah berkas elektron pada tabung layar TV, sehingga didapatkan gambar permukaan spesimen pada layar TV.

Sinyal lain yang penting adalah back scattered electron yang intensitasnya tergantung pada nomor atom unsur yang ada pada permukaan spesimen. Dengan cara ini akan diperoleh gambar yang menyatakan perbedaan unsur kimia : warna terang menunjukkan adanya unsur kimia yang lebih tinggi nomor atomnya.

Untuk EDX, radiasi yang penting adalah sinar X karakteristik yang diemisikan sebagai akibat tumbukan elektron pada atom-atom bahan pada sampel. Analisis dari radiasi sinar X karakteristik dapat menghasilkan informasi kualitatif dan kuantitatif tentang komposisi dari lokasi-lokasi pada sampel dengan diameter beberapa mikrometer.

PROSEDUR EKSPERIMEN

Sample dan Preparasi

X-Ray Fluorescence

Sebelum melakukan pengujian XRF, terlebih dahulu material di press dengan mesin press, jumlah sampel yang dipress 1 buah.

X-Ray Diffraction

Sampel berupa serbuk ditempelkan pada tempat pengujiannya yang kemudian siap diuji coba sebagai sampel uji pada mesin XRD. Spesimen serbuk lebih menguntungkan karena berbagai arah difraksi dapat diwakili oleh partikel-partikel yang halus tersebut. Ukuran partikel harus lebih kecil dari 10 micron agar intensitas relatif sinar difraksi dapat dideteksi dengan teliti. Kalau ukuran partikelnya besar,

maka akan timbul efek penyerapan linear seperti halnya permukaan yang kasar pada spesimen pelat.

Spesimen serbuk dapat dipasang pada pemegangnya dengan memadatkannya terlebih dahulu atau dicampur dengan pengikat kemudian dipasang kedalam pemegang spesimen.

Scanning Electron Microscopy

Pada SEM tidak diperlukan penyiapan sampel secara khusus. Spesimen untuk SEM dapat berupa material yang cukup tebal asalkan dapat diletakkan diatas tatakan sampel, tidak usah ditipiskan seperti halnya untuk TEM.

Untuk pemeriksaan patahan (fraktografi) permukaan diusahakan tetap seperti apa adanya, namun bersih dari kotoran misalnya debu dan minyak.

Untuk pemeriksaan metalografi yang merupakan kelanjutan dari mikroskopi optik, permukaan spesimen harus terlebih dahulu dietsa seperti halnya pada metalografi optik, bahkan akan lebih baik bila proses etsanya lebih dalam.

Permukaan spesimen harus bersifat konduktif. Oleh karena itu permukaan spesimen yang bukan konduktor perlu lebih dahulu diberi lapisan tipis emas. Proses pelapisan ini dilakukan dengan vacuum evaporator. Adanya material yang tidak konduktif, misalnya serat kertas atau kotoran di permukaan spesimen akan menyebabkan terjadinya efek charging yang kelihatan berwarna sangat terang pada gambar SEM. Oleh karena itu permukaan spesimen harus bersih dari kotoran dan tidak terkontaminasi oleh keringat.

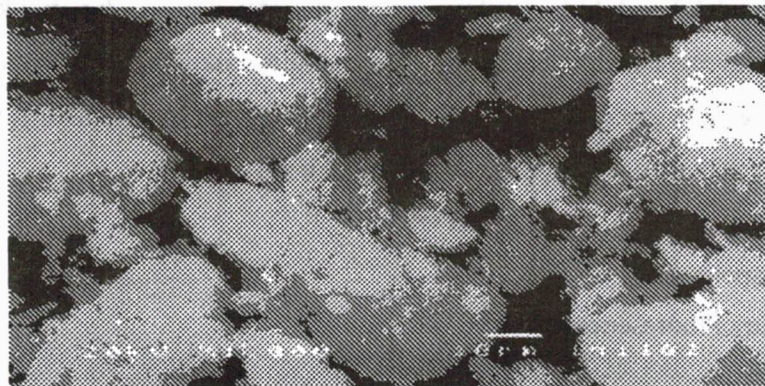
Hasil Eksperimen

X-Ray Fluorescence

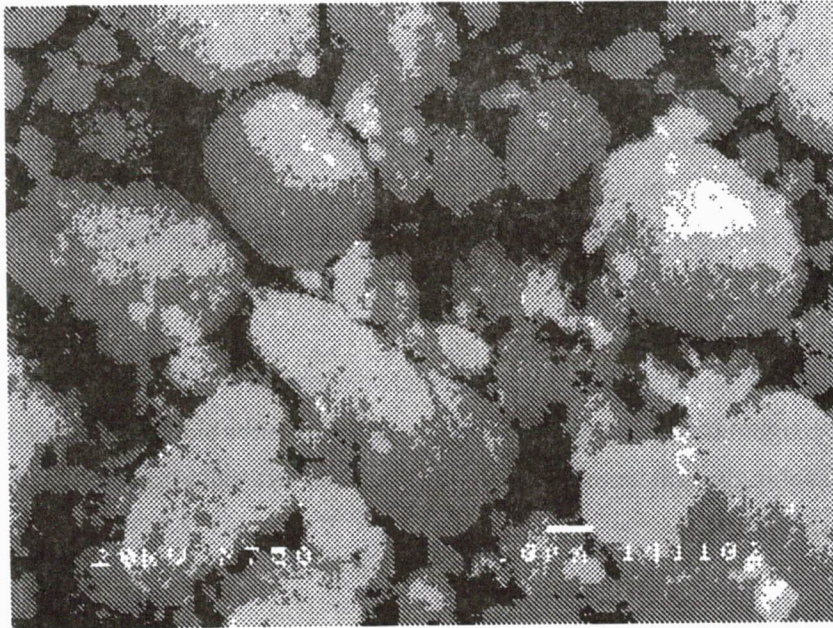
Num	Atom/ Chem.formula	Wt (%)	At/mole (%)	K-ratio	Integral Int.	Standars dev.
1	12 Mg	87,9467	95,1445	0,4509726	52103	0,5031
2	25 Mn	0,0759	0,0364	0,0005777	1395	0,0295
3	30 Zn	11,9773	4,8191	0,1223560	341297	0,0244

Angle [2θ]	d-value α_1 [Å]	d-value α_2 [Å]	Peak width [2θ]	Peak int. [counts]	Back int. [counts]	Rel.int. [%]	Signif.
50,285	2,1053	2,1099	0,100	1600	317	100,0	1,40
42,370	2,4752	2,4806	0,140	1584	320	99,0	10,26
37,075	2,8135	2,8196	0,120	1024	324	64,0	5,28
73,870	1,4885	1,4918	0,280	666	286	41,6	5,43
40,195	2,6031	2,6088	0,080	552	317	34,5	1,51
66,830	1,6243	1,6278	0,120	534	282	33,4	3,77
40,265	2,5988	2,6044	0,080	506	317	31,6	1,01
74,575	1,4765	1,4797	0,120	454	286	28,4	3,36
55,860	1,9097	1,9138	0,140	339	292	21,2	3,11
74,760	1,4734	1,4766	0,100	228	286	14,3	0,88
43,215	2,4290	2,4343	0,200	144	320	9,0	1,09
78,985	1,4065	1,4095	0,120	74	272	4,6	1,11
44,555	2,3595	2,3647	0,640	61	324	3,8	0,81
21,425	4,8121	4,8226	0,800	55	462	3,4	1,71
38,255	2,7298	2,7357	0,240	37	317	2,3	0,78
69,450	1,5703	1,5737	0,640	35	282	2,2	1,16
59,855	1,7929	1,7968	0,960	17	289	1,1	0,86

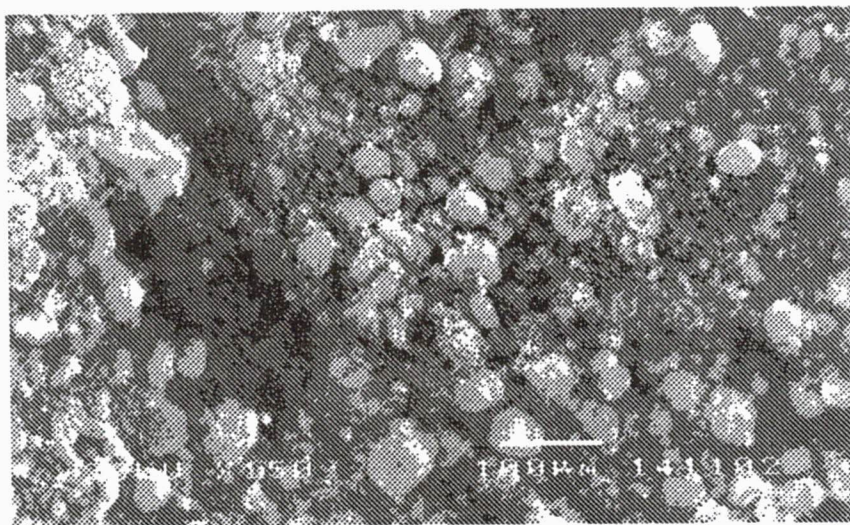
Scanning Electron Microscopy



Gambar 5. Scanning Electron Microscopy dengan pembesaran 1000 X



Gambar 6. Scanning Electron Microscopy dengan pembesaran 750 X



Gambar 7. Scanning Electron Microscopy dengan pembesaran 500 X

ANALISA DAN PEMBAHASAN

Analisa Data XRF

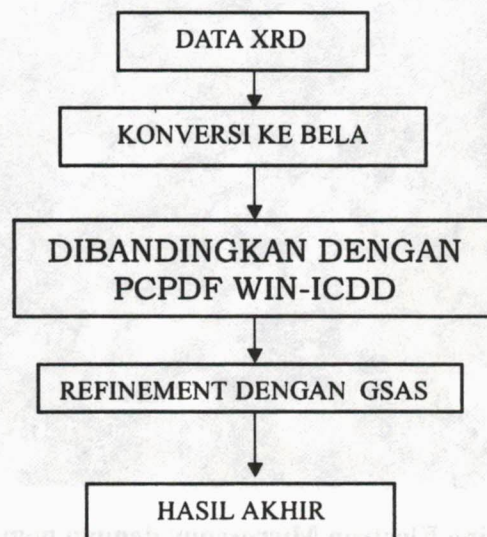
Pada studi penelitian ini, setiap kelompok diberikan sampel berupa serbuk yang tidak diketahui jenis dan komposisi materialnya. Pengukuran dilakukan dengan cara meletakkan serbuk sampel pada sebuah alat sejenis holder yang diletakkan pada alat XRF.

Dari hasil pengukuran dengan XRF diperoleh data kualitatif dan kuantitatif material. Hasil pengukuran menunjukkan jenis materialnya adalah Mg (NA = 12) dengan komposisi 87,9467 Wt. % atau 95,1445 At. % dan Zn (NA = 30) dengan komposisi 11,9773 Wt. % atau 4,8191 At. % dan sisanya Mn (NA = 25) dengan komposisi 0,0759 Wt. % atau 0,0364 At. % yang kemungkinan adalah impuritas.

Unsur lain yaitu atom ringan tidak dapat terdeteksi menggunakan XRF, misalnya unsur Oksigen. Hasil pengamatan dengan XRF belum dapat memberikan informasi mengenai struktur material, sehingga kita membutuhkan informasi lainnya yaitu melakukan pengukuran dengan XRD dan SEM-EDX.

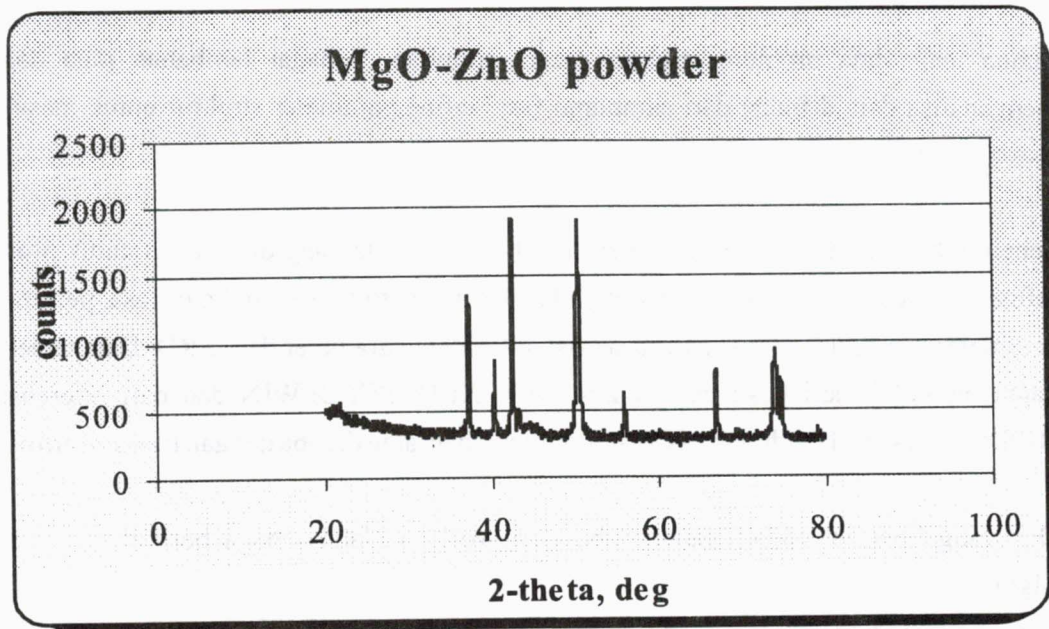
Analisa Data XRD

Pengolahan Data hasil XRD



Hasil Pengukuran XRD hasil konversi dengan software BELA

BELA adalah program utiliti untuk konversi file dan gambar grafik yang berkaitan dengan analisis Rietveld.



Gambar 8. Grafik Hasil Pengukuran XRD hasil konversi dengan software BELA

4.2.2 Perbandingan hasil pengukuran XRD dengan PCPDF Win-ICDD

ICDD and PCPDF adalah software yang dihasilkan oleh JCPDS - International Centre for Diffraction Data. Informasi yang terkandung disini adalah subjek untuk modifikasi dan revisi hasil pengukuran difraksi sinar X.

Dari data yang diperoleh dari hasil fitting dengan APD yaitu puncak dengan intensitas paling besar dan dibandingkan dengan PCPDFWin maka hasil yang paling mendekati adalah fasa sebagai berikut :

d-value terukur (Å) / Rel.Int. (%)	d-value ZnO (Å) PCPDF-Win (PDF No. 79-22050)	d-value MgO (Å) PCPDF-Win (PDF No. 77-2179)
2,1053 / (100,0)	1,9112	2,1057
2,4752 / (99,0)	2,4760	2,4314
2,8135 / (64,0)	2,8146	-
1,4885 / (41,6)	1,4773	1,4889
2,6031 / (34,5)	2,6035	-

Refining dan Analisa data dengan GSAS

GSAS adalah satu set program untuk memproses dan menganalisa single kristal dan data powder diffraction yang diperoleh dari X ray atau neutron. Program ini mampu menganalisa

semua jenis data problem struktur secara simultan. Sebagai tambahan juga dapat menganalisa data difraksi dari campuran fasa, refine parameter struktur untuk masing-masing fasa.

Sebelum bekerja dengan GSAS diperlukan beberapa data yang diperlukan untuk proses refinement seperti perkiraan fasa yang ada, perkiraan struktur kristal dari fasa, perkiraan parameter kisi dari fasa kisi dari fasa kristal dan data parameter dari XRD. Data tersebut dapat diperoleh dari hasil pengukuran XRF, XRD, PCPDFWIN dan dari referensi : JCPDS, Pearson's Handbook of Crystallography data atau dicoba dengan trial and error.

Data yang diperoleh pada advanced laboratory work ini adalah sebagai berikut :

MgO

Lattice parameters:

a,b,c= 4.211 4.211 4.211

alpha,beta,gamma= 90.000 90.000 90.000

The space group for this phase is :F m -3 m

Space group F m -3 m

The lattice is centric F-centered cubic Laue symmetry m3m

Multiplicity of a general site is 192

The symmetry of the point 0,0,0 contains 1bar

Lattice symmetry is cubic

Space group symmetry is cubic

ZnO

Lattice parameters:

a,b,c= 3.250 3.250 5.207

alpha,beta,gamma= 90.000 90.000 120.000

The space group for this phase is :P 63 m c

The lattice is acentric primitive hexagonal Laue symmetry 6/mmm

Multiplicity of a general site is 12

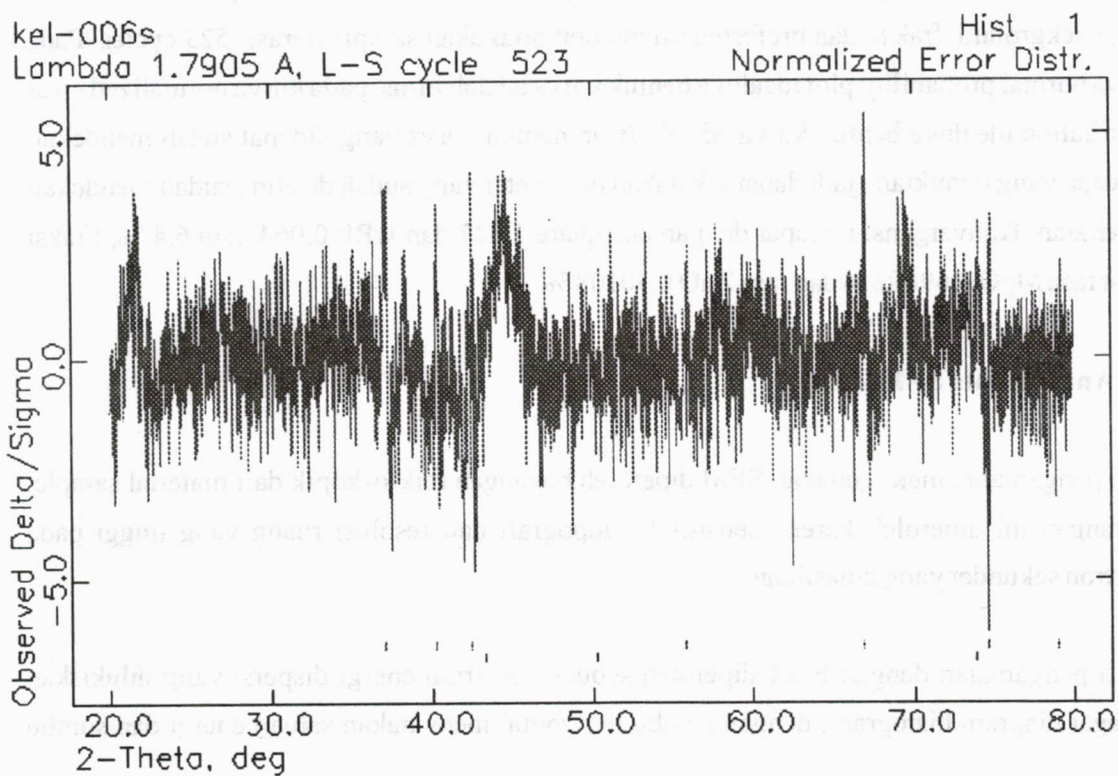
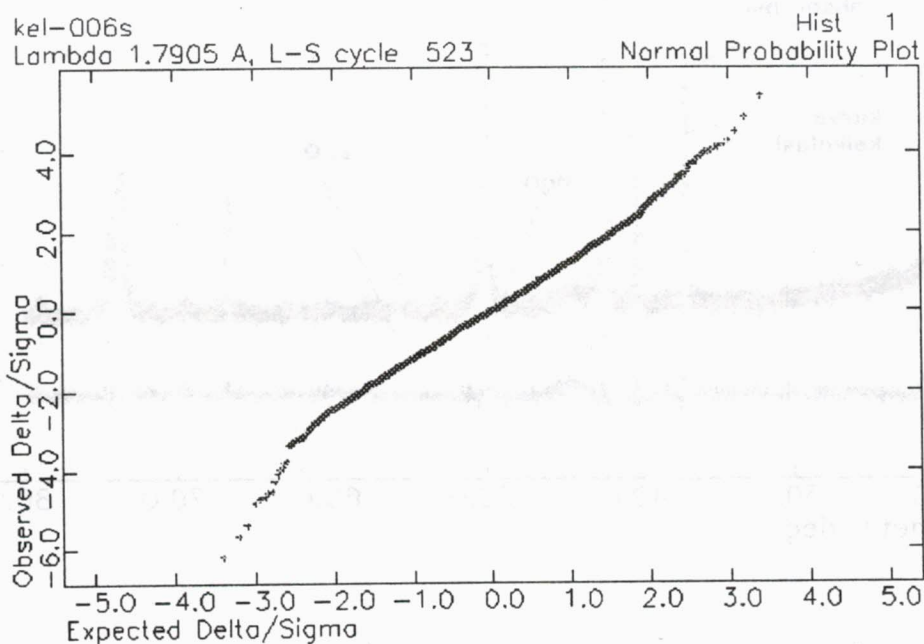
The location of the origin is arbitrary in z

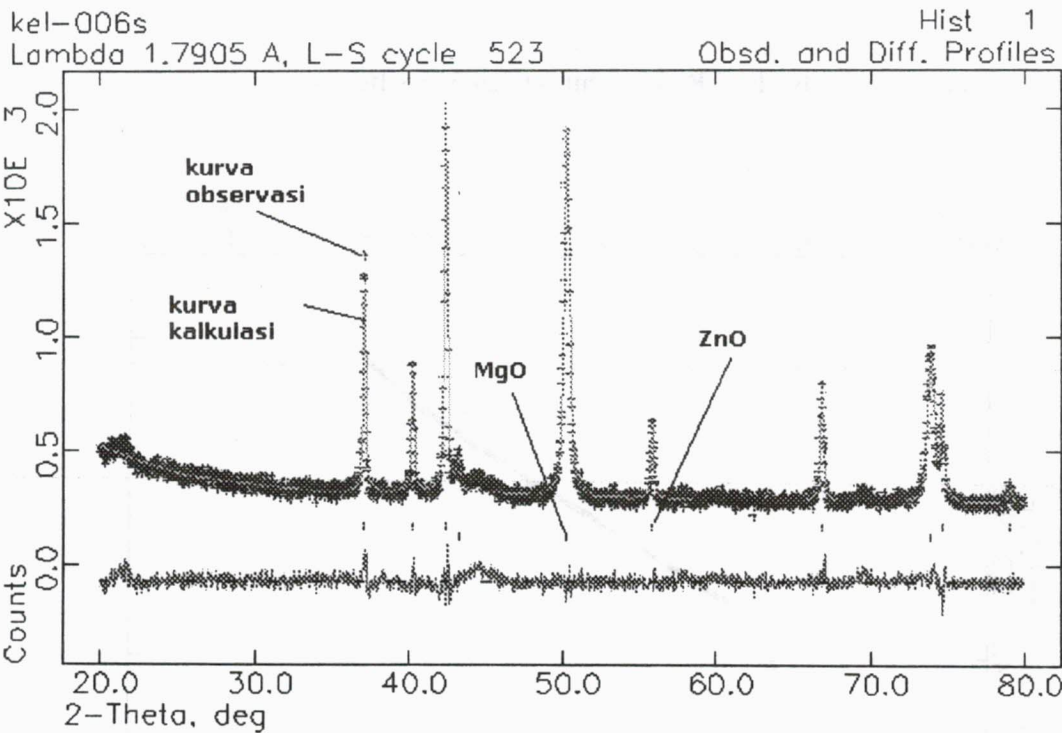
Lattice is hexagonal/trigonal

Space group symmetry is hexagonal/trigonal

Dari Refinement menggunakan program GSAS diperoleh hasil sebagai berikut :

Kurva Normal Probability Hasil Refinement setelah 523 x Iterasi





Proses refinement dengan GSAS dilakukan pada parameter kisi, posisi atom, profile, konstanta alat, background, fraksi, dan preferred orientation dilakukan sampai iterasi 523 cycles. Pada kurva normal probability plot idealnya bentuk kurva adalah lurus, pada kurva normalized error distribution idealnya bentuk kurva adalah datar, namun kurva yang didapat sudah mendekati keadaan yang demikian, jadi dapat dikatakan parameter yang sudah direfine sudah mendekati kebenaran. Konvergensi tercapai dengan chisquare 1,627 dan wRP 0,064 atau 6,4 %, Fraksi berat fasa MgO 0,69892 % dan fasa ZnO 0,30108 %

4.3 Analisa Data SEM-EDX

Dari pengamatan menggunakan SEM diperoleh bayangan mikroskopik dari material sample. Bayangan ini diperoleh karena sensitivitas topografi dan resolusi ruang yang tinggi pada electron sekunder yang dihasilkan.

Hasil pengamatan dengan EDX diperoleh sebuah spectrum energi dispersi yang dilukiskan sebagai diagram histogram, dengan sumbu horizontal menyatakan satuan energi dan sumbu

vertikal adalah jumlah intensitas. Dari gambar spectrum yang paling jelas terlihat peak-peaknya adalah sinar X karakteristik dari Mg dan Zn dan data % berat sbb:

	% Wt. O	% WtMg	% WtZn	% WtCu
Titik 1	48,50	51,07	0,43	
Titik 2	46,78	44,91	7,76	0,55
Spec.Map	44,81	46,10	8,47	0,63

Dari data yang ada terlihat pada titik 2 dan spec.map ada kadungan Cu tetapi pada titik 1 tidak ada, kemungkinan terdapat unsur Cu yang tidak tersebar merata pada sample.

Refference :

Cullity B.D., Elements of X-Ray Diffraction, Addison Wesley Publishing Company, Inc., Second Edition, 1978

Suryanarayana C., Norton, X-Ray Diffraction, A Practical Approach,

Goldstein, Practical Scanning Electron Microscopy, Electron and Ion Microprobe Analysis, Plenum Press 1975