

ANALISIS STRUKTUR KRISTAL SUPERIONIK KOMPOSIT (CuI)_{0,9}(AgPO₃)_{0,1} DENGAN METODE RIETVELD

Supandi Suminta dan Safei Purnama

Puslitbang Iptek Bahan (P3IB) - BATAN
Kawasan Puspipstek, Serpong, Tangerang 15314

ABSTRAK

ANALISIS STRUKTUR KRISTAL SUPERIONIK KOMPOSIT (CuI)_{0,9}(AgPO₃)_{0,1} DENGAN METODE RIETVELD. Penelitian struktur kristal superionik komposit (CuI)_{0,9}(AgPO₃)_{0,1}, dan transformasi fasa γ -CuI ke fasa α -CuI pada suhu 400 °C dengan proses pendinginan cepat telah dilakukan. Data intensitas difraksi CuI dan komposit yang terbentuk diukur dengan XRD. *Refinement* parameter struktur γ -CuI dalam CuI dan α -CuI dalam (CuI)_{0,9}(AgPO₃)_{0,1} telah dilakukan. Hasil *refinement* kedua fasa tersebut, menunjukkan bahwa bahan CuI adalah berfasa γ -CuI, memiliki simetri grup ruang *F* $\bar{4}3m$ no.216, sistim kristal Bravais FCC, atom Cu terdistribusi pada posisi *Wyckoff* 4c, dan konstanta kisi $a = 6,066(2)$ Å. Sedangkan superionik komposit (CuI)_{0,9}(AgPO₃)_{0,1} berfasa α -CuI, juga memiliki simetri grup ruang yang sama yakni *F* $\bar{4}3m$ no.216, tetapi atom Cu terdistribusi pada posisi *Wyckoff* 48h dengan konstanta kisi lebih besar yakni $a = 6,131(3)$ Å, dimana $x = 0,235$ dan $z = 0,263$ dan faktor okupansi, g untuk Cu = 0,0833, dan sistim kristal Bravais FCC yang stabil pada suhu kamar. Bahan komposit (CuI)_{0,9}(AgPO₃)_{0,1} ini memiliki konduktifitas listrik yang lebih tinggi dibanding garam dopan CuI pada suhu ruang.

Kata kunci : (CuI)_{0,9}(AgPO₃)_{0,1}, struktur kristal, metode *Rietveld*

ABSTRACT

CRYSTAL STRUCTURE ANALYSIS OF (CuI)_{0,9}(AgPO₃)_{0,1} BY RIETVELD METHOD. An investigation of crystal structure on superionic composite (CuI)_{0,9}(AgPO₃)_{0,1} and a phase transformation from γ -CuI to α -CuI phase at 400 °C have been carried out by Rietveld method. Superionic composite (CuI)_{0,9}(AgPO₃)_{0,1} was prepared by melt quenching. Crystal structure of the composite (CuI)_{0,9}(AgPO₃)_{0,1} was measured by an X-Ray Diffractometer (XRD), and the result shows a phase transformation from room temperature to another phase at 400 °C. The refinement of the γ -CuI and (α -CuI)_{0,9}(AgPO₃)_{0,1} have been carried out and the results of refinement show that in γ -CuI lattice parameter was 6,066(2) Å. The lattice parameter of α -CuI in the composite (CuI)_{0,9}(AgPO₃)_{0,1} has increased to 6,131(3) Å. The positions of diffraction line indicate that both lattice of γ -CuI (*Wyckoff* position 4c) and α -CuI (*Wyckoff* position 48h) belong to FCC (space group *F* $\bar{4}3m$ no.216) where, $x = 0,235$ and $z = 0,263$. The composite (CuI)_{0,9}(AgPO₃)_{0,1} has a larger ionic conductivity at room temperature compared with CuI.

Key words : (CuI)_{0,9}(AgPO₃)_{0,1}, crystal structure, Rietveld method

PENDAHULUAN

Penelitian transisi fasa dan analisis struktur kristal bahan *cuprous iodida* (CuI) dan sejenisnya dengan menggunakan kalorimetri dan sinar-X telah banyak dilakukan dan dipelajari oleh para peneliti konduktor ionik [1,2]. Dua Transisi fasa pada suhu 300 °C dan 407 °C telah ditemukan dan dilaporkan melalui perubahan energi dan enthalpy [2]. Selanjutnya dengan kurva suhu *specific heat* dapat diestimasi transisi fasa tersebut. Fasa *gamma*, *beta* dan *alpha* ditentukan masing-masing sebagai kubik *prototype Zincblende* (ZnS), hexagonal *prototype ZnO* dan fasa *alpha* adalah ditentukan sebagai kisi kubik. Selanjutnya stuktur kristal bahan ini ditentukan dengan metode XRD. (Miyake 1962),[3], dalam penelitiannya telah melaporkan bahwa *cupro iodide* mempunyai tiga fasa yakni *alpha*, *beta* dan *gamma*. Fasa *beta* dan *gamma* adalah masing-masing

fasa hexagonal dan kubik sedangkan fasa *alpha* pada saat itu masih belum diketahui, tetapi ada sedikit informasi bahwa pada saat pemanasan terdapat fasa transisi, terbentuk pada suhu tinggi (600 °C) [2], selanjutnya dikenal sebagai fasa *alpha*, Fasa inilah yang diinginkan karena memiliki konduktifitas ion yang tinggi.

Menurut Miyake, dkk (1962) [3] yang paling stabil keadaan posisi atom Cu pada suhu ruang berada pada posisi *Wyckoff* 4c berdasarkan *prototype zincblende*, tetapi bila suhu dinaikan secara gradual keadaan berubah menjadi lebih meta-stabil, dimana posisi disekeliling tiap posisi 4c dimungkinkan ditemukan atom Cu berada pada keadaan posisi yang baru, dan akhirnya posisi semua atom-atom terdistribusi pada keadaan posisi *Wyckoff* yang lebih tinggi. Miyake (1962) [3] melaporkan bahwa perubahan

posisi yang mungkin adalah dari keadaan posisi Wyckoff 4c ke posisi Wyckoff 16e. Perubahan ini dapat dikatakan adanya suatu keadaan bentuk metastabil disekeliling tiap atom/ion Cu dan akibat perubahan suhu dari suhu rendah ke suhu tinggi, atom Cu terdistribusi ke keadaan posisi yang lebih tinggi, dan akhirnya atom-atom tersebut terdistribusi kesemua posisi pada daerah fasa α

Pada penelitian terdahulu S.Purnama, dkk [5], bahan superionik komposit (CuI)_{0,9}(AgPO₃)_{0,1} telah berhasil dibuat dengan proses *melt quenching*. Hasil analisis pola difraksi dengan metode *Hanawalt*, menunjukkan fasa- α terbentuk pada suhu kamar dengan parameter kisi $a = 6,13 \text{ \AA}$. Temuan ini diharapkan, dapat dijadikan sebagai acuan awal untuk mempelajari struktur fasa tersebut dengan metode *Rietveld*. Sehingga metode ini dapat menghilangkan keraguan hasil penelitian metode *Hanawalt*.

Penelitian ini bertujuan untuk menentukan atom Cu yang terdistribusi pada posisi *Wyckoff* yang baru, nilai x , z dan fasa kisi kubik *Bravais* bahan superionik komposit (CuI)_{0,9}(AgPO₃)_{0,1} pada suhu ruang. Diharapkan posisi *Wyckoff* yang baru ini dapat diaplikasikan dalam superionik komposit (CuI)_x(AgPO₃)_{1-x} berfasa α -CuI.

METODE PERCOBAAN

Bahan dan Alat

Bahan dasar pembuatan superionik gelas (CuI)_{0,9}(AgPO₃)_{0,1} adalah AgNO₃·NH₄H₂PO₄ dan garam doping *cupro iodida* (CuI) dengan perbandingan komposisi berat berturut-turut CuI: AgNO₃ : NH₄H₂PO₄ adalah 13,5256 : 1,3405 : 0,9073 dalam satuan gram. Peralatan utama yang digunakan adalah timbangan analitik, cetakan berbentuk silinder terbuat dari teflon, *furnace* dan nitrogen cair untuk pendingin cepat. Serbuk bahan-bahan tersebut dicampur dalam cawan porselin diaduk hingga homogen, selanjutnya dipanaskan dalam *furnace* secara bertahap sampai suhu lebur 600 °C dengan laju pemanasan 10 °C/menit. Suhu lebur ini dipertahankan selama 2 jam agar terbentuknya homogenitas superionik gelas terjadi dengan sempurna. Kemudian setelah 2 jam campuran yang berbentuk cairan ini dituangkan ke dalam cetakan silinder dan didinginkan secara cepat dalam nitrogen cair.

Bahan hasil sintesa dikarakterisasi dan untuk mengetahui fasa yang terbentuk dilakukan pengukuran intensitas difraksi sinar-X dengan XRD buatan Philips di BBM-P31B Batan.

Refinement

Program *RIETAN* dibuat oleh Izumi [4] yang dipasang pada Macintosh Computer. Metode yang digunakan adalah analisis struktur dengan teknik *Rietveld* menggunakan program *RIETAN*. Simulasi profil

pola difraksi dapat dilakukan pula oleh program ini. Analisis metode *Rietveld* yang akan dilakukan adalah dengan cara memasukkan dua jenis data yaitu data parameter struktur kristal dan intensitas. Data parameter struktur kristal adalah data masukan dari suatu model perhitungan yang diajukan sebagai standar acuan, sedangkan data intensitas berasal dari intensitas difraksi sinar-X suatu sampel. Hasil pengolahan program *RIETAN* akan memberikan informasi berupa data parameter struktur dalam sel satuan, data intensitas hasil perhitungan dan observasi serta data refleksi *Bragg* yang muncul.

HASIL DAN PEMBAHASAN

International Crystallographic Table [6] menunjukkan bahwa struktur kristal CuI memiliki grup ruang *F43m* no.216 kisi kubik FCC dilakukan dengan 2 (dua) penempatan lokasi keadaan kelipatan posisi *Wyckoff* atau jumlah titik *equivalen* per unit sel adalah pertama menempati lokasi keadaan posisi *Wyckoff* 4c yakni :

$$\left(\frac{1}{4}, \frac{1}{4}, \frac{1}{4} \right),$$

faktor okupansi, g (untuk Cu) = 1 dan kedua menempati lokasi keadaan posisi *Wyckoff* 48h yakni :

$$x, x, z; \quad z, x, x; \quad x, z, x; \quad \bar{x}, x, z; \quad \bar{z}, x, x; \quad \bar{x}, z, x;$$

dan

$$x, x, z; \quad z, x, x; \quad x, z, x; \quad \bar{x}, x, z; \quad \bar{z}, x, x; \quad \bar{x}, z, x;$$

dimana $x = 0,235$ dan $z = 0,263$ dan faktor akupansi, g untuk Cu adalah 0,0833.

Refinement fasa kubik *F43m* no.216 γ -CuI dan α -CuI. Difraktogram intensitas sinar-X (Gambar 1) menunjukkan pola latar belakang difuse yang cukup kuat. *Refinement* dilakukan menggunakan dua cara pendekatan masukan. Pada pendekatan pertama penempatan lokasi posisi *Wyckoff* 4c untuk fasa γ -CuI. Pendekatan kedua penempatan lokasi posisi *Wyckoff* 48h untuk fasa α -CuI bertujuan untuk memperbaiki harga faktor reliabilitas R atau kualitas *goodness-of-fit*. *Refinement* fasa γ -CuI dengan 12 (duabelas) parameter, ternyata hasil *goodness-of-fit* lebih baik yakni $S = 0,7$ dan $Rwp = 30,12\%$, tanpa *refinement* parameter thermal *isotropic*, bila *B isotropic* dihaluskan akan terjadi divergensi. Akhir *Refinement* fasa α -CuI dicapai *goodness-of-fit* sebesar 0,8 dan $Rwp = 35,78\%$ sebanyak 14 (empat belas) parameter, ternyata *refinement* dua parameter tambahan yakni isotropik atom Cu dan I dapat memberikan kualitas *fitting* lebih baik (konvergen).

Data kesesuaian (*criteria-of-fit*), posisi atom, Rwp dan *goodness-of-fit* S hasil *refinement* *RIETAN*

Tabel 1. Data kesesuaian (*criteria-of-fit*), posisi atom dan *goodness-of-fit* γ -CuI dan α -CuI hasil *refinement RIETAN*.

Bahan	<i>Goodness-of-fit</i>	Rwp (%)	Posisi Wyckoff	x	y	z	B_{iso}
CuI (γ -CuI)	0,7	30,12	Cu(4c)	0,25	0,25	0,25	0,897 (fix)
			I(4a)	0,00	0,00	0,00	0,396 (fix)
(CuI) _{0,9} (AgPO ₃) _{0,1} (α -CuI)	0,8	35,78	Cu(48h)	0,235	0,235	0,263	0,7(3)
			I(4a)	0,00	0,00	0,00	3,6(7)

Grup ruang : $F\bar{4}3m$ no.216 kisi kubik FCC, 4c untuk γ -CuI dan 48h untuk α -CuI

Tabel 2. Data parameter struktur, parameter kisi, kerapatan atom, volume dalam sel satuan dan FWHM bahan CuI dan (CuI)_{0,9}(AgPO₃)_{0,1} hasil *refinement RIETAN*.

No.	Bahan	A (Å)	ρ (g/cm ³)	V (Å ³)	FWHM		
					(111)	(220)	(331)
	CuI	6,066(2)	5,6673	223,2(1)	0,0987	0,1174	0,1213
	(CuI) _{0,9} (AgPO ₃) _{0,1}	6,131(3)	5,4877	230,5(2)	0,1403	0,2244	0,2658

a = Parameter kisi, ρ = Kerapatan atom (densitas), V = Volume dalam sel satuan

Tabel 3. Data refleksi *Bragg* CuI dan (CuI)_{0,9}(AgPO₃)_{0,1} hasil *refinement RIETAN*.

Bahan	hkl	Sudut 2 θ ^o	d (Å)	Parameter kisi (Å)
CuI (γ -CuI)	111	25,429	3,4998	a = 6,066(2)
	200	29,499	3,0330	
	220	42,114	2,1438	
	311	49,838	1,8282	
(CuI) _{0,9} (AgPO ₃) _{0,1} (α -CuI)	111	25,173	3,5348	a = 6,131(3)
	200	29,105	3,0656	
	220	41,717	2,1633	
	331	49,353	1,8450	

disajikan pada Tabel 1.

Perubahan data parameter struktur dan refleksi *Bragg* hasil *refinement RIETAN* kedua bahan tersebut disajikan pada Tabel 2 dan Tabel 3.

Pada parameter kisi fasa α -CuI dalam (CuI)_{0,9}(AgPO₃)_{0,1}, telah terjadi peningkatan menjadi a = 6,131(3) Å³, lebih panjang dan volume sel satuan menjadi lebih besar V = 230,5(2) Å³ akibat perlakuan panas dan pendinginan cepat, sedangkan kerapatan atom dalam sel satuan semakin menurun menjadi 5,4877 g/cm³, dan FWHM untuk tiap indeks *Miller* semakin melebar hampir dua kalipat (Tabel 2).

Secara fisik terlihat pada Tabel 3 kedua bahan hasil *refinement* dengan *RIETAN* menunjukkan bahwa refleksi *Bragg* setiap posisi titik puncak kedua bahan terjadi perubahan pada sudut 2 θ . Fasa α -CuI sudut 2 θ ^o lebih kecil.

Dari perubahan data ke empat parameter ini menunjukkan bahwa susunan tumpukan atom telah terjadi dislokasi atau *strain* pada bahan (CuI)_{0,9}(AgPO₃)_{0,1}, fenomena ini diperkuat oleh hasil penelitian Safei P, dkk [5], bahwa ukuran butir bahan (CuI)_{0,9}(AgPO₃)_{0,1} lebih kecil dibanding CuI. Regangan kisi pada CuI didalam bahan superionik komposit (CuI)_{0,9}(AgPO₃)_{0,1} tersebut diperkirakan karena adanya stress (tegangan) pada antar muka (*interface*) bahan CuI dan matriks gelas selama pendinginan cepat. Ukuran

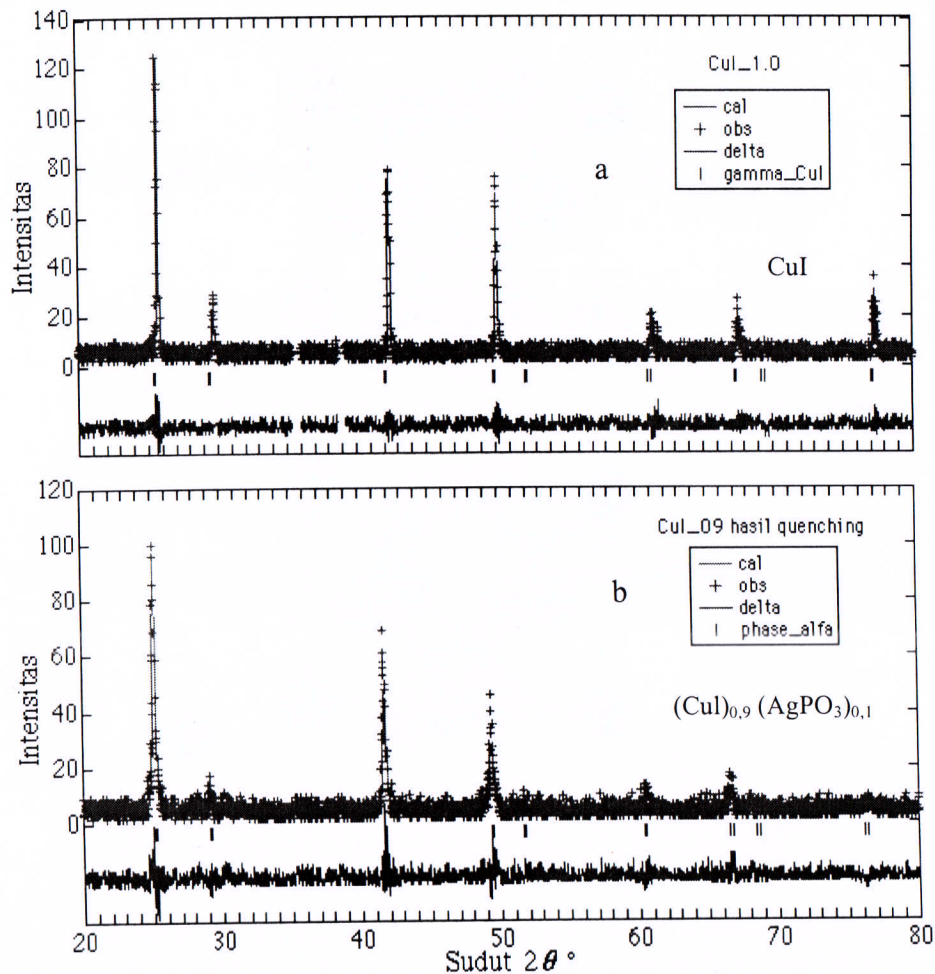
butir (kristalit) dari α -CuI di dalam gelas dapat diperkirakan dari perpotongan sumbu ordinat yaitu sekitar 14,423 Å untuk bahan (CuI)_{0,9}(AgPO₃)_{0,1}, sedangkan untuk bahan CuI yaitu sekitar 15,986 Å [5].

Safei P, dkk [5] memprediksi dengan metode *Hanawalt*, bahwa CuI pada suhu ruang mempunyai fasa γ -CuI, dan (CuI)_{0,9}(AgPO₃)_{0,1} fasa α -CuI berstruktur kisi kubik FCC. Hasil plot menggunakan persamaan *Lorentzian* diperoleh parameter kisi a = 6,04 Å (γ -CuI). Demikian juga pada suhu di atas 400 °C CuI mempunyai fasa α -CuI kisi kubik, tapi dengan parameter kisi yang lebih tinggi yakni a = 6,12 Å. Selanjutnya perubahan kisi tersebut diperkuat dengan menghitung ukuran butir (hasil penelitian Safei P, dkk) [5], dan ditemukan bahwa ukuran butir (CuI)_{0,9}(AgPO₃)_{0,1} lebih kecil dibanding dengan CuI.

Gambar 1 adalah profil pola difraksi Sinar-X (CuI)_{0,9}(AgPO₃)_{0,1} dan CuI hasil *refinement RIETAN*. Bentuk profil ini menggambarkan kecocokan (*fitting*) intensitas difraktogram berkas Sinar-X antara pengamatan dengan perhitungan. Tanda (+) adalah data hasil pengamatan, garis malar (3/4) adalah data perhitungan, garis vertikal dibawahnya (|) adalah posisi sudut puncak fasa atau indeks *Miller* dan garis mendatar (3/4) dibawah garis vertikal adalah gambaran selisih hasil pengamatan dengan perhitungan.

Dari tanda-tanda dan gambaran selisih hasil pengamatan dengan perhitungan pada Gambar 1a dan Gambar 1b yang menunjukkan kesesuaian (*criteria-of-fit*), dan *goodness-of-fit*, S fasa γ -CuI dan α -CuI hasil *refinement RIETAN* dapat dilihat pada Tabel 1.

Gambar 1a adalah profil pola difraksi fasa γ -CuI di dalam bahan CuI, atom Cu terdistribusi pada keadaan posisi *Wyckoff* 4c dan hasil akhir *refinement* diperoleh kualitas *fitting* yang memuaskan. Gambar 1b adalah profil pola difraksi fasa α -CuI didalam bahan (CuI)_{0,9}(AgPO₃)_{0,1}. Atom Cu terdistribusi pada keadaan posisi *Wyckoff* 48h dan hasil akhir *refinement* diperoleh harga kualitas *fitting* yang juga memuaskan. Data kesesuaian (*criteria-of-fit*), *goodness-of-fit*, S hasil



Gambar 1. Profil pola difraksi superionik komposit $(\text{CuI})_x(\text{AgPO}_3)_{1-x}$, hasil refinement RIETAN a) $x = 1,0$ dan b) $x = 0,9$.

refinement RIETAN (Tabel 1) masing-masing $S = 0,7$ untuk $\gamma\text{-CuI}$ dan $S = 0,8$ untuk $\alpha\text{-CuI}$, dengan kriteria dapat diterima. Harga S maksimum yang diperbolehkan adalah 1,3 [7].

Selain adanya perubahan parameter kisi dan ukuran butir pada $\alpha\text{-CuI}$ [5] di dalam bahan $(\text{CuI})_{0,9}(\text{AgPO}_3)_{0,1}$, seperti telah dijelaskan di atas. Secara fisik terlihat pada Gambar 1 kedua bahan hasil refinement dengan RIETAN menunjukkan bahwa setiap posisi titik puncak kedua bahan terletak pada sudut 2θ tidak sama (lihat Tabel 3), pada bahan $(\text{CuI})_{0,9}(\text{AgPO}_3)_{0,1}$ terjadi pergeseran sudut 2θ kekiri (lebih kecil), dibandingkan dengan CuI, tetapi mempunyai jumlah puncak dan struktur kristal Bravais FCC kubik yang sama. Perbedaan yang lain adalah bahwa $(\text{CuI})_{0,9}(\text{AgPO}_3)_{0,1}$ menunjukkan intensitas lebih rendah dan bentuk puncak lebih lebar dibanding CuI (Gambar 1b). Dari berbagai perubahan yang terjadi pada bahan tersebut di atas disebabkan perlakuan panas dan proses pendinginan cepat di bawah suhu 0°C .

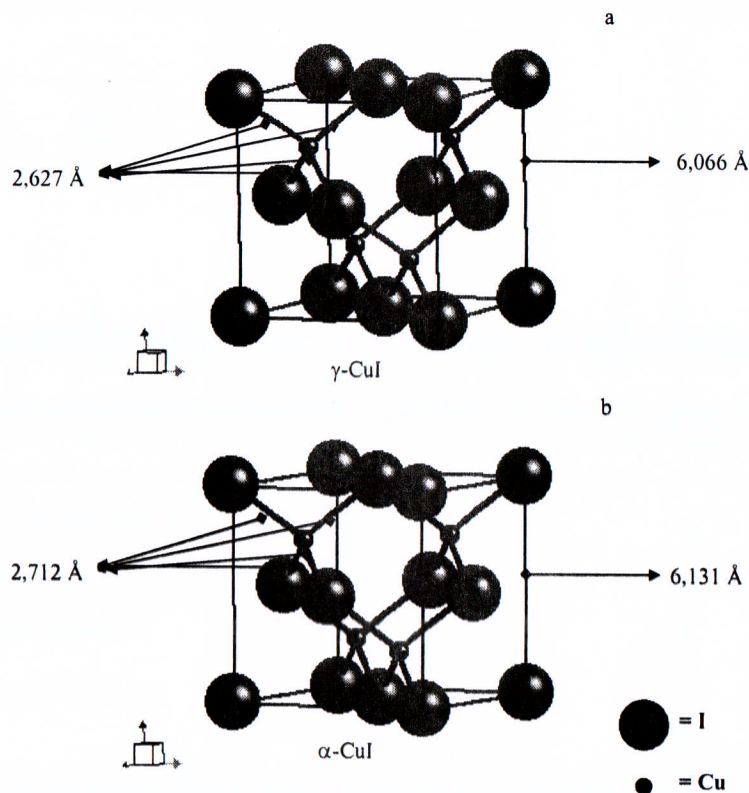
Data jarak ikatan antar atom hasil analisis program Crystal Maker [8] kedua bahan tersebut disajikan pada Tabel 4. Hasil analisis menunjukkan

Tabel 4. Data jarak ikatan anatar atom Cu-Cu dan Cu-I dalam sel satuan.

Bahan	Parameter Kisi, a	Jarak Ikatan
$\alpha\text{-CuI}$ dalam $(\text{CuI})_{0,9}(\text{AgPO}_3)_{0,1}$	6,131(3) Å	Cu-Cu = 4,335 Å Cu-I = 2,712 Å
$\gamma\text{-CuI}$ dalam CuI	6,066 (2) Å	Cu-Cu = 4,289 Å Cu-I = 2,627 Å

bahwa jarak ikatan Cu-Cu dan Cu-I fasa $\alpha\text{-CuI}$ dalam $(\text{CuI})_{0,9}(\text{AgPO}_3)_{0,1}$ lebih besar masing-masing Cu-Cu = 4,335 Å dan Cu-I = 2,712 Å dibandingkan dengan fasa $\gamma\text{-CuI}$ dalam CuI yakni masing-masing Cu-Cu = 4,289 Å dan Cu-I = 2,627 Å. Perubahan ini menggambarkan bahwa adanya strain pada bahan $(\text{CuI})_{0,9}(\text{AgPO}_3)_{0,1}$ akibat proses pendinginan cepat.

Data hasil refinement dengan RIETAN (Tabel 1), seperti struktur kisi kubik Bravais FCC, parameter kisi, simetri grup ruang dan posisi atom dalam sel satuan dapat digunakan sebagai data masukan untuk menggambar struktur kedua fasa tersebut dalam ruang tiga dimensi dengan menggunakan program Crystal Maker (Gambar 2).



Gambar 2. Struktur CuI dalam ruang tiga dimensi dalam sel satuan, hasil program *Crystal Maker* a) fasa γ -CuI dan b) fasa α -CuI.

Gambar 2 adalah struktur kristal dalam ruang tiga dimensi fasa α -CuI dan fasa γ -CuI, simetri grup ruang, dengan kisi *Bravais* FCC hasil program *Crystal Maker*. Terlihat bahwa posisi atom I terletak pada sudut-sudutnya sebagai *frame* dan posisi atom Cu terletak di dalam *frame*. Parameter kisi, volume dan jarak antar atom dalam sel satuan fasa α -CuI (Gambar 2b) lebih besar dibandingkan dengan fasa γ -CuI (Gambar 2a). Hal ini menggambarkan bahwa ion Cu dalam $(\text{CuI})_{0,9}(\text{AgPO}_3)_{0,1}$ dimungkinkan bergerak lebih bebas ke berbagai tempat pada sistim sel satuan, karena jarak ikatan Cu-Cu dan Cu-I lebih besar.

KESIMPULAN

Refinement dengan *RIETAN* (simetri grup ruang, FCC), telah berhasil direkomendasikan pada keadaan posisi *Wyckoff* 4c sebanyak 12 parameter untuk bahan CuI berfasa γ -CuI. dan pada keadaan posisi *Wyckoff* 48h sebanyak 14 parameter untuk bahan superionik komposit $(\text{CuI})_{0,9}(\text{AgPO}_3)_{0,1}$ berbasis gelas berfasa α -CuI, dengan parameter kisi lebih tinggi dibanding fasa γ -CuI, kerapatan lebih rendah, dan volume lebih besar dalam sel satuan. Hal ini yang memungkinkan atom Cu bergerak lebih bebas ke berbagai tempat pada sistim sel satuan, sehingga dapat meningkatkan konduktivitas listrik bahan pada suhu kamar.

Dengan berhasilnya sintesis material baru superionik komposit $(\text{CuI})_{0,9}(\text{AgPO}_3)_{0,1}$ dengan konduktivitas ionik tinggi, dan dengan hasil kajian analisis struktur yang mendalam, diharapkan kedepan bahan ini sebagai bahan unggulan untuk direkomendasikan dan diaplikasikan dalam baterai padat.

DAFTAR PUSTAKA

- [1]. SADAO HOSHINO, *Collected Paper of Professor Sadao Hoshino*, Tokyo Institute of Technology, Tokyo, (1998)
- [2]. SADAO HOSHINO., Crystal Structure and Phase Transition of Some Metallic Halides (IV), *Journal of The Physical Society of Japan*, **12** (14)(1957)
- [3]. SHIZUO MIYAKE, SADAO HOSHINO, and TOSHIO TAKENAKA, *Journal Of The Physical Society Of Japan*, **7** (1)(1962)
- [4]. IZUMI F., *Rietveld Analysis System, RIETAN, Part I, Software Package for the Rietveld Analysis and Simulation of X-Ray and Neutron Diffraction Patterns*, Rigaku J6, No.110, (1989)
- [5]. S.PURNAMA, dkk. Struktur Kristal dan Konduktivitas Ionik $(\text{CuI})_{0,9}(\text{AgPO}_3)_{0,1}$, *Prosiding*

Seminar Nasional Hamburan Neutron dan Sinar-X ke 5, P3IB-BATAN (2003)

- [6]. NORMAN F.M, HENRY and K. LONSDALE, *International Table For X-Ray Crystallography*, Editorial Committee of The International Union of Crystallography, England, (1969)
- [7]. R.A. YOUNG, *The Rietveld Method*, International Union of Crystallography Oxford University, (1996)
- [8]. D. PALMER., *Crystal Maker, Interactive Crystallography for Macintosh, Version 1.1-User Manual*, Lynxvale Ltd, 20 Trappington Street, Cambridge, England, (1995)