

# ANALISA POLA – POLA DIFRAKSI SINAR-X PADA MATERIAL SERBUK

## Nd<sub>6</sub>Fe<sub>13</sub>Sn, Nd<sub>6</sub>Fe<sub>13</sub>Ge DAN Nd<sub>6</sub>Fe<sub>13</sub>Si MENGGUNAKAN METODE RIETVELD GSAS

Siti Wijayanti  
M0202043

Jurusan Fisika  
Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam  
Universitas Sebelas Maret, Jl. Ir. Sutami 36A Solo 57126

### Abstrak

Telah dibuat perangkat lunak untuk mengubah format data keluaran XRD (*X-Ray Diffraction*) Shimadzu 6000 sesuai dengan format data masukan GSAS (*General Structure Analysis System*) menggunakan bahasa pemrograman Free Pascal versi 2.0.2.

Analisa pola difraksi sinar-X pada material Nd<sub>6</sub>Fe<sub>13</sub>Sn, Nd<sub>6</sub>Fe<sub>13</sub>Ge dan Nd<sub>6</sub>Fe<sub>13</sub>Si dengan metode Rietveld GSAS dilakukan secara tidak simultan. Setelah penghalusan disimpulkan struktur kristalnya tetragonal dan diperoleh nilai residu serta konstanta kisi. Material Nd<sub>6</sub>Fe<sub>13</sub>Si nilai residunya  $R_p = 1,21\%$ ,  $R_{wp} = 1,57\%$ , dan  $\chi^2 = 1,984$  untuk 10 variabel dan konstanta kisi  $a = 8,0528(28)$  Å dan  $c = 22,812(7)$  Å. Material Nd<sub>6</sub>Fe<sub>13</sub>Ge nilai residunya  $R_p = 1,29\%$ ,  $R_{wp} = 1,74\%$ , dan  $\chi^2 = 3,958$  untuk 9 variabel dan konstanta kisi  $a = 8,0588(10)$  Å dan  $c = 22,889(4)$  Å. Material Nd<sub>6</sub>Fe<sub>13</sub>Sn nilai residunya  $R_p = 1,74\%$ ,  $R_{wp} = 2,30\%$ , dan  $\chi^2 = 8,989$  untuk 10 variabel dan konstanta kisi  $a = 8,0941(5)$  Å dan  $c = 23,3894(25)$  Å.

Kata kunci : difraksi sinar X, metode Rietveld, GSAS, Nd<sub>6</sub>Fe<sub>13</sub>Si, Nd<sub>6</sub>Fe<sub>13</sub>Ge dan Nd<sub>6</sub>Fe<sub>13</sub>Sn

### I. Pendahuluan

Pada tahun 1967 H.M.Rietveld mempublikasikan suatu metode untuk menganalisa pola difraksi yang puncak-puncaknya saling tumpang tindih (*overlapping*) menggunakan asas kuadrat terkecil. Metode Rietveld sekarang dapat digunakan untuk menganalisa pola difraksi neutron dan difraksi sinar-X pada sampel kristal tunggal dan polikristal (Young, 1993).

Beberapa software metode Rietveld yang dapat digunakan untuk menganalisa struktur kristal yaitu XRS-82 (*The X-ray Rietveld System*, Baerlocher, 1984), FullProf (Rodríguez-Carvajal, 1984), Rietan (Izumi, 1990) dan GSAS (*General Structure Analysis System*, Von Dreele dan Larson, 2004). Software GSAS ditulis menggunakan bahasa FORTRAN dan tersedia dalam versi sistem operasi Microsoft (MS-DOS 6.x, Windows 95/98/ME/2K/XP dan NT 4.0) dan Unix (Linux on Intel PC, Macintosh OS X dan Silicon Graphics Irix 6.x). Perbedaan menggunakan sistem operasi Microsoft dengan sistem operasi Linux adalah cara menginstall perangkat lunak. Perangkat lunak GSAS ditulis dalam bahasa pemrograman FORTRAN dan dapat diperoleh dengan gratis melalui alamat web :

<http://www.ccp14.ac.uk/ccp/ccp14/ftp-mirror/gsas/public/gsas>.

Penelitian ini menggunakan perangkat lunak GSAS untuk menganalisa pola difraksi serbuk sinar-X pada material Nd<sub>6</sub>Fe<sub>13</sub>Si, Nd<sub>6</sub>Fe<sub>13</sub>Ge dan Nd<sub>6</sub>Fe<sub>13</sub>Sn.

Suharyana (2000) telah melakukan penelitian tentang sifat-sifat magnetik senyawa  $R_6\text{Fe}_{13}X$  ( $R = \text{Pr, Nd}$  dan  $X = \text{Si, Ge, dan Sn}$ ). Semua senyawa tersebut bersifat antiferomagnet di bawah temperatur Néel  $\sim 415$  K dan tidak bergantung pada jenis unsur logam tanah jarang. Pada penelitian tersebut telah dilakukan penghalusan parameter konstanta kisi serta posisi atom senyawa  $\text{Pr}_6\text{Fe}_{13}\text{Sn}$  dan

Nd<sub>6</sub>Fe<sub>13</sub>Sn berdasarkan analisa difraksi sinar-X menggunakan perangkat lunak FullProf.

Nd<sub>6</sub>Fe<sub>13</sub>Ge, Nd<sub>6</sub>Fe<sub>13</sub>Sn dan Nd<sub>6</sub>Fe<sub>13</sub>Si mempunyai struktur kristal tetragonal dengan grup ruang  $I 4/m c m$ .

Di Sub Laboratorium Fisika Laboratorium Pusat MIPA Universitas Negeri Sebelas Maret Surakarta mempunyai alat XRD (*X-Ray Diffraction*) Shimadzu 6000. Akan tetapi data sampel material yang dihasilkan XRD Shimadzu 6000 tidak dapat langsung dilakukan analisa dengan menggunakan GSAS karena perbedaan format. Oleh karena itu, perangkat lunak yang dapat mengubah format data yang dihasilkan XRD Shimadzu 6000 sesuai dengan format data masukan GSAS sangat diperlukan.

**Tabel 1.1. Parameter posisi atom pada temperatur ruang Nd<sub>6</sub>Fe<sub>13</sub>Si (Allemand *dkk*, 1990)**

Atom	Posisi	$x$	$y$	$z$
Nd-1	$8f$	0,0	0,0	0,1104(1)
Nd-2	$16l$	0,1663(2)	0,6663	0,1904(1)
Fe-1	$4d$	0,0	0,05	0,0
Fe-2	$16l_1$	0,1788(5)	0,6788	0,0607(2)
Fe-3	$16l_2$	0,2860(6)	0,8860	0,0966(3)
Fe-4	$16k$	0,0666(7)	0,2079(7)	0,0
Si	$4a$	0,0	0,0	0,0

Allemand *dkk* menyampaikan bahwa senyawa ini antiferomagnetik pada suhu dibawah 725 K. Posisi atom – atom senyawa Nd<sub>6</sub>Fe<sub>13</sub>Si menurut Allemand *dkk* (1990) ditunjukkan dalam tabel 1.1 dan nilai konstanta kisi  $a = 8,034$  Å dan  $c = 22,780$  Å.

Suharyana (2000) telah melakukan analisa difraksi sinar-X dengan menggunakan perangkat lunak FullProf pada senyawa  $\text{Nd}_6\text{Fe}_{13}\text{Si}$ ,  $\text{Nd}_6\text{Fe}_{13}\text{Ge}$  dan  $\text{Nd}_6\text{Fe}_{13}\text{Sn}$ . Hasil penghalusan konstanta kisi ditunjukkan pada tabel 1.2.

**Tabel 1.2. Konstanta kisi senyawa  $\text{Nd}_6\text{Fe}_{13}\text{Si}$ ,  $\text{Nd}_6\text{Fe}_{13}\text{Ge}$  dan  $\text{Nd}_6\text{Fe}_{13}\text{Sn}$  (Suharyana, 2000)**

Senyawa	$a$ (Å)	$c$ (Å)
$\text{Nd}_6\text{Fe}_{13}\text{Ge}$	8,050(2)	22,859(4)
$\text{Nd}_6\text{Fe}_{13}\text{Si}$	8,044(3)	22,790(8)
$\text{Nd}_6\text{Fe}_{13}\text{Sn}$	8,060(2)	22,916(4)

Analisa pola difraksi sinar-X senyawa  $\text{Nd}_6\text{Fe}_{13}\text{Sn}$ ,  $\text{Nd}_6\text{Fe}_{13}\text{Ge}$ , dan  $\text{Nd}_6\text{Fe}_{13}\text{Si}$  menggunakan metode Rietveld GSAS tidak dilakukan oleh Suharyana.

## II. Metode Penelitian

Metode penelitian yang digunakan adalah metode eksperimen analisa data menggunakan GSAS. Bahasa pemrograman Free Pascal versi 2.0.2 digunakan untuk membuat perangkat lunak format data sehingga sesuai dengan format data GSAS. Perangkat lunak GSAS digunakan untuk menghaluskan konstanta kisi dan posisi atom – atom material  $\text{Nd}_6\text{Fe}_{13}\text{Ge}$ ,  $\text{Nd}_6\text{Fe}_{13}\text{Si}$ , dan  $\text{Nd}_6\text{Fe}_{13}\text{Sn}$ .

Data difraksi sinar-X yang digunakan pada analisa ini adalah data hasil percobaan Suharyana (2000) pada suhu 295 K yang diperoleh menggunakan sumber radiasi Cu.

## III. Hasil dan Analisa

### III.1. Program Penyesuaian Fomat Data Masukan

Program formatting data yang disusun ini menggunakan bahasa pemrograman Free Pascal versi 2.0.2 dengan file tak bertipe.

Data keluaran difraktometer disimpan dalam bentuk *notepad* yang mempunyai tipe *txt*. Nama file data yang digunakan untuk menyimpan data sampel adalah *c:\ge.txt*, *c:\sn.txt* dan *c:\si.txt*.

Data keluaran dari program penyesuaian format data disimpan dengan tipe *DAT* yaitu *c:\dataGe.DAT*, *c:\dataSi.DAT* dan *c:\dataSn.DAT*.

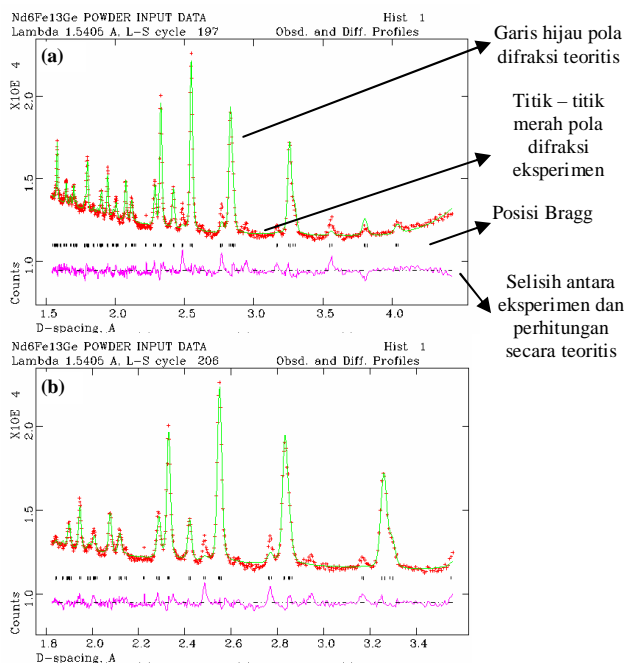
### III.2. Analisa Pola Difraksi Serbuk $\text{Nd}_6\text{Fe}_{13}\text{Ge}$ , $\text{Nd}_6\text{Fe}_{13}\text{Si}$ dan $\text{Nd}_6\text{Fe}_{13}\text{Sn}$ Metode Difraksi Sinar-X

Parameter awal yang berupa konstanta kisi dan posisi atom sampel  $\text{Nd}_6\text{Fe}_{13}\text{Ge}$  diperoleh dari hasil eksperimen Allemand *dkk* dapat dilihat pada tabel 1.1.

Setelah dilakukan penghalusan  $\text{Nd}_6\text{Fe}_{13}\text{Ge}$  diperoleh grafik histogram yang ditunjukkan pada gambar 3.1.a dengan nilai residu  $R_p = 1,25\%$ ,  $R_{wp} = 1,69\%$  dan  $\chi^2 = 3,773$  untuk 10 variabel dengan nilai konstanta kisi hasil penghalusan adalah  $a = 8,0543(17)$  Å dan  $c = 22,879(5)$  Å Grafik dipotong seperti gambar 3.1.b. untuk melakukan analisa perbandingan pada ketiga senyawa. Pada gambar 3.1.b konstanta kisi  $a = 8,0588(10)$  Å dan  $c = 22,889(4)$  Å dengan nilai residu  $R_p = 1,29\%$ ,  $R_{wp} = 1,74\%$  dan  $\chi^2 = 3,958$  untuk 9 variabel. Berdasarkan nilai  $R_p$ ,  $R_{wp}$  dan  $\chi^2$ , dapatlah dikatakan bahwa kualitas penghalusan yang diperoleh cukup baik. Posisi atom dalam sel satuan senyawa  $\text{Nd}_6\text{Fe}_{13}\text{Ge}$  yang diperoleh setelah penghalusan ditunjukkan dalam tabel 3.1. Jika dibandingkan dengan posisi atom hasil percobaan Allemand *dkk* (1990) pada tabel 1.1, posisi atom hasil penghalusan pada senyawa  $\text{Nd}_6\text{Fe}_{13}\text{Ge}$  mempunyai perbedaan yang signifikan pada posisi  $16l_2$  yang ditempati atom Fe-3 dan  $16k$  yang ditempati atom Fe-4.

**Tabel 3.1. Posisi atom hasil penghalusan  $\text{Nd}_6\text{Fe}_{13}\text{Ge}$**

Atom	$x$	$y$	$z$
Nd-1	0,0	0,0	0,108986
Nd-2	0,161667	0,661667	0,189437
Fe-1	0,0	0,5	0,0
Fe-2	0,175034	0,675034	0,063160
Fe-3	0,338853	0,905298	0,093335
Fe-4	0,096914	0,204026	0,0
Ge	0,0	0,0	0,0



**Gambar 3.1. (a). Pola difraksi  $\text{Nd}_6\text{Fe}_{13}\text{Ge}$  semua data (b). Pola difraksi  $\text{Nd}_6\text{Fe}_{13}\text{Ge}$  analisa**

Parameter awal yang berupa posisi atom sampel  $\text{Nd}_6\text{Fe}_{13}\text{Si}$  diperoleh dari hasil penghalusan  $\text{Nd}_6\text{Fe}_{13}\text{Ge}$  ditunjukkan pada tabel 3.1 dan nilai konstanta kisi  $a = 8,0543(17)$  Å dan  $c = 22,879(5)$  Å.

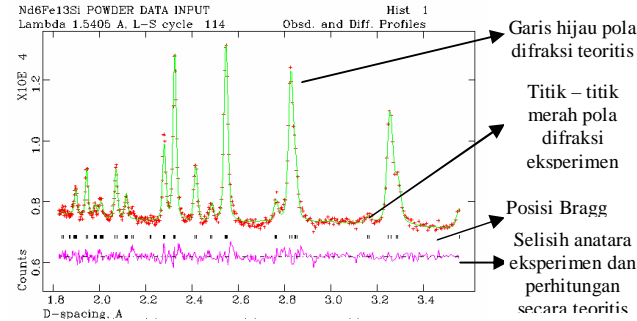
**Tabel 3.2. Posisi atom hasil penghalusan  $\text{Nd}_6\text{Fe}_{13}\text{Si}$**

Atom	$x$	$y$	$z$
Nd-1	0,0	0,0	0,128771
Nd-2	0,153712	0,653712	0,188969
Fe-1	0,0	0,5	0,0
Fe-2	0,181367	0,681367	0,072397
Fe-3	0,308353	0,931178	0,098947
Fe-4	0,171503	0,199447	0,0
Si	0,0	0,0	0,0

Posisi atom dalam sel satuan hasil penghalusan senyawa  $\text{Nd}_6\text{Fe}_{13}\text{Si}$  ditunjukkan pada tabel 3.2. Posisi atom hasil penghalusan mempunyai perbedaan yang signifikan pada posisi  $16l_2$  yang ditempati atom Fe-3 dan  $16k$  yang ditempati atom Fe-4 jika dibandingkan dengan posisi atom hasil percobaan Allemand *dkk* (1990) pada tabel 1.1.

Pola difraksi yang diperoleh setelah penghalusan senyawa  $\text{Nd}_6\text{Fe}_{13}\text{Si}$  ditunjukkan pada gambar 4.2. Nilai

residu setelah penghalusan adalah  $R_p = 1,21\%$ ,  $R_{wp} = 1,57\%$  dan  $\chi^2 = 1,984$  untuk 10 variabel. Konstanta kisi hasil penghalusan  $a = 8,0528(28)\text{ \AA}$  dan  $c = 22,812(7)\text{ \AA}$ .



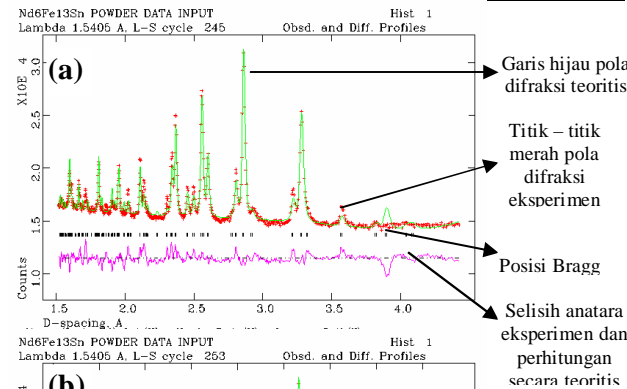
**Gambar 3.2. Pola difraksi  $Nd_6Fe_{13}Si$**

Parameter awal yang berupa posisi atom sampel  $Nd_6Fe_{13}Sn$  diperoleh dari hasil penghalusan  $Nd_6Fe_{13}Ge$  ditunjukkan pada tabel 3.1 dan nilai konstanta kisi  $a = 8,0543(17)\text{ \AA}$  dan  $c = 22,879(5)\text{ \AA}$ .

Posisi atom dalam sel satuan senyawa  $Nd_6Fe_{13}Sn$  setelah penghalusan seperti dalam tabel 3.3. Jika dibandingkan dengan posisi atom hasil percobaan Allemand *dkk* (1990) pada tabel 1.1, posisi atom hasil penghalusan pada senyawa  $Nd_6Fe_{13}Sn$  mempunyai perbedaan yang signifikan pada posisi  $16/2$  yang ditempati atom Fe-3 dan  $16k$  yang ditempati atom Fe-4.

**Tabel 3.3. Posisi atom hasil penghalusan  $Nd_6Fe_{13}Sn$**

Atom	$x$	$Y$	$z$
Nd-1	0,0	0,0	0,141091
Nd-2	0,159544	0,659544	0,186688
Fe-1	0,0	0,5	0,0
Fe-2	0,187926	0,687926	0,066289
Fe-3	0,395397	0,770794	0,093483
Fe-4	0,048548	1,189478	0,0
Sn	0,0	0,0	0,0



**Gambar 3.3.(a). Pola difraksi  $Nd_6Fe_{13}Sn$  semua data  
(b). Pola difraksi  $Nd_6Fe_{13}Sn$  analisa**

Setelah dilakukan penghalusan diperoleh pola grafik histogram dapat dilihat pada gambar 3.3.a dengan nilai residu  $R_p = 1,77\%$ ,  $R_{wp} = 2,45\%$  dan  $\chi^2 = 9,997$  untuk 11 variabel dan nilai konstanta kisi  $a = 8,0834(16)\text{ \AA}$  dan  $c = 23,365(5)\text{ \AA}$ . Grafik dipotong seperti gambar 3.3.b untuk melakukan analisa perbandingan pada ketiga senyawa. Nilai residu pada gambar 3.3.b  $R_p = 1,74\%$ ,  $R_{wp} = 2,30\%$  dan  $\chi^2 = 8,989$  untuk 10 variabel. Nilai konstanta kisi yang diperoleh  $a = 8,0941(5)\text{ \AA}$  dan  $c = 23,3894(25)\text{ \AA}$ . Berdasarkan nilai  $R_p$ ,  $R_{wp}$  dan  $\chi^2$  tersebut dapat dikatakan bahwa kualitas penghalusan yang diperoleh cukup baik.

Hasil penghalusan GSAS ketiga senyawa tersebut menyatakan  $Nd_6Fe_{13}Si$  hasil konstanta kisinya paling kecil dan  $Nd_6Fe_{13}Sn$  hasil konstanta kisinya paling besar.

**Tabel 3.4. Konstanta kisi  $R_6Fe_{13}X$  setelah penghalusan Suharyana (2000) melakukan penelitian dengan menggunakan FullProf.**

Senyawa	GSAS		FullProf	
	$a$ (Å)	$c$ (Å)	$a$ (Å)	$a$ (Å)
$Nd_6Fe_{13}Si$	8,0587 (9)	22,8267 (30)	8,044 (3)	22,790 (8)
$Nd_6Fe_{13}Ge$	8,0588 (10)	22,889 (4)	8,050 (2)	22,859 (4)
$Nd_6Fe_{13}Sn$	8,0941 (5)	23,3894 (25)	8,060 (2)	22,916 (4)

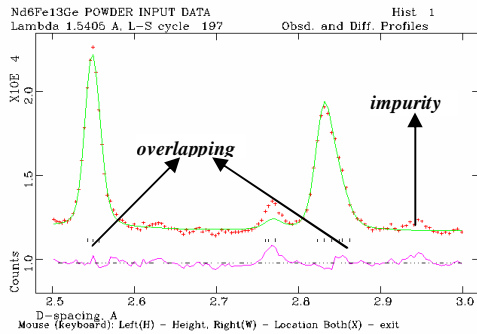
Hasil penelitian ini dibandingkan dengan penelitian Suharyana (2000) karena data difraksi sinar-X yang digunakan sama. Perbedaan nilai hasil penghalusan konstanta kisi  $Nd_6Fe_{13}Si$  sekitar 0,18 %,  $Nd_6Fe_{13}Ge$  sekitar 0,13 % dan  $Nd_6Fe_{13}Sn$  sekitar 2,06 %.

**Tabel 3.5. Konstanta kisi  $R_6Fe_{13}X$  Referensi hasil penelitian lain (\*)Allemand *dkk* (1990), (\*\*)Hu *dkk* (1994), (\*\*\*)Schobinger-Papamantellos *dkk* (2000).**

Senyawa	GSAS		Penelitian lain	
	$a$ (Å)	$c$ (Å)	$c$ (Å)	$a$ (Å)
$Nd_6Fe_{13}Si$	8,0587 (9)	22,8267 (30)	8,034 *	22,278 *
$Nd_6Fe_{13}Ge$	8,0588 (10)	22,889 (4)	8,055 **	22,432 **
$Nd_6Fe_{13}Sn$	8,0941 (5)	23,3894 (25)	8,087 ***	23,375(1) ***

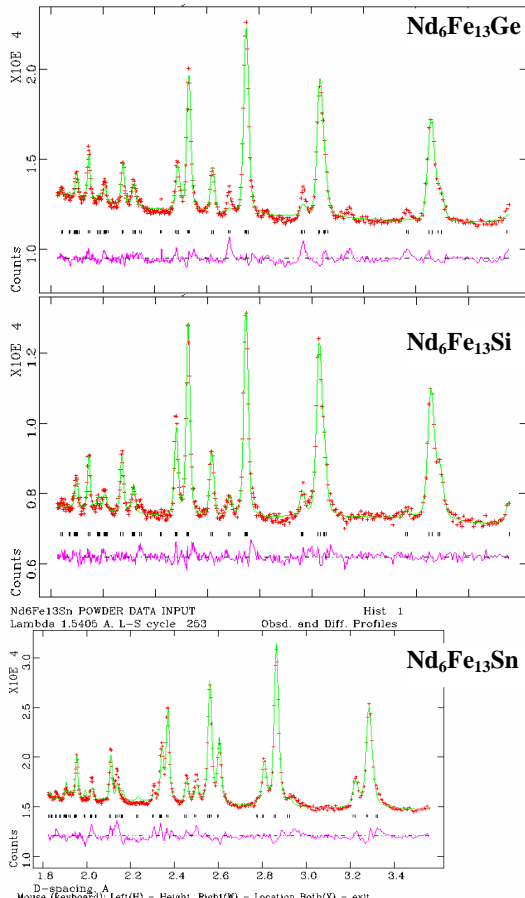
Hasil peneliti lain digunakan sebagai pembanding karena peneliti lain menggunakan sampel yang mempunyai struktur kristal sama dengan yang digunakan untuk analisa GSAS tetapi data difraksi sinar-X belum tentu sama. Pada senyawa  $Nd_6Fe_{13}Si$  sekitar 2,40 % dibandingkan dengan hasil Allemand *dkk* (1990). Pada  $Nd_6Fe_{13}Ge$  sekitar 1,99 % dibandingkan dengan hasil Hu *dkk* (1994). Pada  $Nd_6Fe_{13}Sn$  sekitar 0,09 % dibandingkan dengan hasil Schobinger-Papamantellos *dkk* (2000).

Pada pola difraksi sinar-X terjadi *overlapping* jika puncak Bragg lebih dari satu tetapi yang muncul pada pola difraksi satu puncak. *Impurity* terjadi jika pada pola grafik teoritis (garis hijau) tidak terjadi puncak dan tidak dapat dihaluskan menyesuaikan pola difraksi eksperimen (titik-titik merah) yang terjadi puncak. Pada gambar 4.4 dapat dilihat puncak-puncak Bragg yang tumpang tindih dan *impurity* diantaranya terjadi pada  $d$ -spacing 1,8 Å – 2,4 Å.



**Gambar 4.4. Puncak Bragg yang tumpang tindih (overlapping) dan impurity**

Pada  $Nd_6Fe_{13}X$  ketika  $X$  digunakan unsur Ge, Si dan Sn pola difraksi yang dihasilkan sangat mirip dapat dilihat pada gambar 4.5. Hal ini dikarenakan unsur Si, Ge dan Sn mempunyai perbedaan konstanta kisi yang tidak terlalu besar.



**Gambar 4.4. Pola difraksi pada  $d$  spacing  $1,8 \text{ \AA} - 3,4 \text{ \AA}$**

## V. PENUTUP

### V.1. Simpulan

1. Perangkat lunak penyesuain format data yang dibuat menggunakan bahasa pemrograman Free Pascal versi 2.0.2 terbukti dapat berfungsi dengan baik.
2. Perbedaan konstanta kisi pada senyawa  $Nd_6Fe_{13}Si$  sekitar 2,40 % dibandingkan dengan hasil Allemand *dkk.* (1990) dan sekitar 0,18 % dibandingkan dengan Suharyana (2000).
3. Pada  $Nd_6Fe_{13}Ge$  sekitar 1,99 % dibandingkan dengan hasil Hu *dkk.* (1994) dan sekitar 0,13 % dibandingkan dengan Suharyana (2000).

4. Pada  $Nd_6Fe_{13}Sn$  sekitar 0,09 % dibandingkan dengan hasil Schobinger-Papamantellos *dkk.* (2000) dan sekitar 2,06 % dibandingkan dengan Suharyana (2000).
5. Posisi atom hasil penghalusan pada senyawa  $Nd_6Fe_{13}Si$ ,  $Nd_6Fe_{13}Ge$  dan  $Nd_6Fe_{13}Sn$  mempunyai perbedaan yang signifikan pada posisi  $16l_2$  yang ditempati atom Fe-3 dan  $16k$  yang ditempati atom Fe-4 dibandingkan dengan posisi atom hasil percobaan Allemand *dkk.* (1990).

### V.2 SARAN

1. Perangkat lunak penyesuain format data GSAS disusun menggunakan bahasa pemrograman lain misalnya FORTRAN, delphi.
2. Analisa senyawa  $Nd_6Fe_{13}Si$ ,  $Nd_6Fe_{13}Ge$  dan  $Nd_6Fe_{13}Sn$  dilakukan dengan menggunakan perangkat lunak lain misalnya Rietan, XRS-82 sehingga dapat dibandingkan hasil yang diperoleh.

### DAFTAR PUSTAKA

- Allemand J., Letant, A., Moreau, J. M., Nozieres, J. P., dan Perrier de la Bathie R, 1990, *J. Less-Common Met.* Vol. 166. Hal 73
- Hu, J. F., Wang, K. Y., Hu, B. P., Wang, Y. Z., Wang, Z. X., Yang, F. M., Ning, T., Zhao, R. W., dan Qin, W. D., 1994 : *J. Phys.:Condens. Matte.* Vol. 7. Hal. 889
- Larson, A. C. dan Von Dreele, R. B., 2004 : *GSAS: General Structure Analysis System*, Los Alamos National Laboratory, Los Alamos, NM 87545  
<http://www.ccp14.ac.uk/ccp/ccp14/ftp-mirror/gsas/public/gsas/>
- Schobinger-Papamantellos, P., Buschow K H, J., de Groot, C. H., de Boer, F. R., Ritter, C., Isnard, O., dan Fauth, F., 1998(a), *J. Alloys compounds* Vol. 267. Hal. 69
- Schobinger-Papamantellos, P., Buschow, K. H. J., de Groot, C. H., de Boer, F. R., dan Ritter, C., 2000 : *J. Mag. Mag. Mater.* Vol 218. Hal 31
- Suharyana, 2000 : *Magnetic Ordering of  $RFe_6Sn_6$  ( $R=Y, Gd-Lu$ ) and  $R_6Fe_{13}X$  ( $R=Pr, Nd; X=Si, Ge$  and  $Sn$ ) Intermetallic Compounds*, PhD Thesis, School of Physics Faculty of Science and Technology UNSW, New South Wales
- Young, R. A., 1993 : *The Rietveld Method*, Oxford University Press, New York