

KUADRAT TERKECIL SEBAGAI METODE ALTERNATIF KOREKSI PANJANG GELOMBANG DALAM EKSPERIMEN DIFRAKSI NEUTRON

EngkirSukirman, AchmadArslan
Pusat Penelitian Sains Materi - Badan Tenaga Atom Nasional

ABSTRAK

KUADRAT TERKECIL SEBAGAI METODE ALTERNATIF KOREKSI PANJANG GELOMBANG DALAM EKSPERIMEN DIFRAKSI NEUTRON. Pada penelitian ini dikembangkan suatu metode koreksi panjang gelombang yang pengoperasiannya memerlukan parameter variabel kuadrat terkecil sebagai data masukan. Kesahihan metode ini diuji menggunakan cuplikan standar Ni dan Al_2O_3 . Berdasarkan data yang diperoleh disimpulkan bahwa, metode kuadrat terkecil dapat digunakan sebagai metode alternatif untuk koreksi panjang gelombang berkas neutron.

ABSTRACT

LEAST-SQUARES METHOD AS AN ALTERNATIF METHOD FOR WAVELENGTH CORRECTION IN NEUTRON DIFFRACTION EXPERIMENTS. A wavelength correction method has been investigated. This method is named least square method, because its operation needs least squares parameter variables as its input data. The experiment has been carried out to the monochromatic neutron beams which the truth of its wavelength value has been examined, by using Ni and Al_2O_3 standard samples. From the data acquired can be summarized that this method can be applied as an alternatif method for wavelength correction of the monochromatic neutron beams, Ni and Al_2O_3 crystals must be used as standard samples for this method.

PENDAHULUAN

Hukum Bragg yang mendasari peristiwa difraksi dirumuskan untuk kondisi ideal yakni kristal yang mendifraksikan sempurna, berkas sinar datang yang paralel dan monokromatik dan hamburan berkas terdifraksi adalah elastik sempurna. Dalam kenyataannya kondisi ideal ini tak pernah dicapai [1]. Akibatnya tidak dihasilkan pola difraksi berupa garis, melainkan kurva dengan puncak yang letaknya sesuai dengan sudut difraksi menurut hukum Bragg. Bila sudut-sudut puncak Bragg tersebut berdekatan, akan terbentuk pola difraksi dengan kurva yang tumpang tindih (overlap). Untuk menghindari keadaan ini telah ditemukan metode analisis Rietveld [3] yang mampu mengatasi problema tersebut secara tuntas.

Berkas yang digunakan dalam difraksi sinar-X adalah emisi yang karakteristik untuk atom sasaran, sehingga hampir merupakan berkas monokromatik. Panjang gelombang berkas neutron (λ) berupa pita kecil yang terpusat di sekitar λ . Harga λ ini tergantung kepada kondisi dan posisi monokromator terhadap arah berkas radiasi (kemiringannya, pergeseran vertikal-horizantal, dan sudut *take off*). Jika kondisi dan posisi monokromator terganggu, maka harga λ akan berubah. Oleh karena itu koreksi panjang gelombang

sebaiknya dilakukan pada setiap eksperimen dengan difraksi neutron.

Penelitian ini bertujuan untuk mengembangkan suatu metode yang dapat digunakan sebagai alternatif untuk melakukan koreksi panjang gelombang berkas neutron, yang dilandasi prinsip kuadrat terkecil.

TATAKERJA.

Metoda Perhitungan

Hukum Bragg biasanya dituliskan sebagai persamaan $\lambda = 2d \sin \theta$, λ panjang gelombang berkas terdifraksi pada sudut θ dan d jarak antar bidang yang sejajar pada kristal. Seperti yang telah dikemukakan panjang gelombang berkas neutron monokromatik yang mencapai cuplikan dapat berubah akibat perubahan kondisi dan posisi kristal monokromator. Misalkan yang semula ialah λ_0 berubah menjadi λ_B . Panjang gelombang yang terakhir ini yang sesungguhnya digunakan dalam eksperimen.

Dengan demikian dapat dituliskan dalam bentuk persamaan :

$$\Delta \lambda = \lambda_B - \lambda_0 \quad (1)$$

$$\Delta (2A) = 2A_0 - 2AC \quad (2)$$

Dimana θ_o dan θ_c adalah sudut puncak Bragg observasi dan kalkulasi.

Jika λ_B berkaitan dengan sudut puncak Bragg observasi yang teramati, maka diperoleh :

$$2d \frac{\sin 2\theta_o}{2} = \lambda_B \quad (3)$$

Sedangkan λ_o berkaitan dengan sudut puncak kalkulasi, diperoleh :

$$2d \frac{\sin 2\theta_c}{2} = \lambda_o \quad (4)$$

Jika persamaan 3 dikurangi dengan persamaan 4 dan menganggap $(2\theta_o - 2\theta_c) = 0$ sehingga $\theta_o = \theta_c = \theta$, $\sin(2\theta_o - 2\theta_c) = (2\theta_o - 2\theta_c)$ serta $d = \lambda_o / \sin \theta_c$, maka hasilnya dapat dituliskan dalam persamaan :

$$\Delta 2\theta = \Delta \lambda \left(\frac{2 \operatorname{tg} \theta_o}{\lambda_c} + \Delta_o \right) \quad (5)$$

Persamaan (5) ialah persamaan garis lurus:

$$y = ax + b \text{ dengan } y = \Delta(2\theta), a = \Delta \lambda, x = \frac{2 \operatorname{tg} \theta_o}{\lambda_c}$$

dan $b = \Delta_o$.

Jadi λ_B dapat dihitung secara tepat asalkan persamaan (6) dirumuskan terlebih dahulu; artinya konstanta-konstantanya ditentukan dengan seksama. Untuk itu digunakan metode kuadrat terkecil. Karena metode ini memerlukan dua parameter variabel sebagai masukan (X dan Y), maka keseksamaan metode tersebut tergantung pada ketepatan dan ketelitian harga parameter variabel tersebut. Dengan menggunakan cuplikan standar nilai θ_c dapat dihitung dengan tepat dan θ_o dapat diamati dengan teliti.

Bahan dan Peralatan

Neutron adalah partikel yang tidak bermuatan tetapi dapat berinteraksi dengan atom-atom magnetik. Oleh karena itu agar kapasitas interaksinya terukur dengan seksama, baik nuklir maupun magnetik, maka digunakan dua jenis cuplikan standar yakni yang bersifat magnetik dan non magnetik. Untuk keperluan ini digunakan kristal tunggal Ni dan Al_2O_3 . Spesifikasi cuplikan ialah sebagai berikut Al_2O_3 memiliki struktur kristal heksagonal, dengan parameter kisi $a = 4,759 \text{ \AA}$ dan $c = 12,990 \text{ \AA}$. Jarak antara bidang refleksi, d_{hkl} memenuhi persamaan :

$$d_{hkl} = 1 / \{ (4/3)a^2 (h^2 + k^2 + l^2) + (c^2/l^2) \}^{1/2} \quad (7)$$

Ni memiliki struktur kubus berpusat muka (FCC) dengan parameter kisi $a = 3,524 \text{ \AA}$. Jarak antara bidang refleksi, d_{hkl} memenuhi persamaan:

$$d_{hkl} = a / (h^2 + k^2 + l^2)^{1/2} \quad (8)$$

Masing-masing cuplikan tersebut diukur pola difraksinya dengan menggunakan difraktometer neutron. Eksperimen ini dilakukan di JRR2-JAERI, Jepang, dengan menggunakan monokromator kristal tunggal Cu, $\lambda_o = 1,413$ (energi neutron, $E_o = 41.000 \text{ meV}$), detektor BF_3 , lebar langkah (step width) $\Delta(2\theta) = 0,1^\circ$, dan periode pencacahan $t = 1,2$ menit. Daerah sudut pencacahan (2θ) untuk Ni: $18^\circ - 98^\circ$, dan Al_2O_3 : $20^\circ - 89^\circ$. Pengoperasian difraktometer dilakukan dengan komputer.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Pola difraksi neutron untuk kedua cuplikan ditunjukkan pada tabel 1 dan tabel 2. Yang menunjukkan juga sudut Bragg hasil perhitungan $(\theta)_c$, serta parameter variabel (X,Y) dari Al_2O_3 dan

Tabel 1. Sudut Bragg hasil difraksi neutron untuk Al_2O_3 dan parameter variabel.

hkl	$2\theta_o$	$2\theta_c$	$(d_{hkl})_o$	$(d_{hkl})_c$	Y	X
012	23,55	23,427	3,462	3,480	2,1432	0,2951
104	32,25	32,157	2,544	2,551	1,6231	0,4092
006	38,20	38,092	2,159	2,165	1,8849	0,4901
113	39,70	39,605	2,081	2,085	1,6580	0,5110
024	48,00	47,926	1,737	1,740	1,2915	0,6302
116	52,45	52,358	1,599	1,601	1,6057	0,6972
211	54,50	54,359	1,543	1,547	2,4609	0,7290
300	61,95	61,896	1,373	1,374	0,9425	0,8410
119	69,90	69,849	1,233	1,234	0,8901	0,9893
223	75,90	76,021	1,149	1,147	-2,1118	1,1039
0012	81,55	81,484	1,082	1,083	1,1519	1,2207
226	85,40	85,308	1,042	1,043	1,6057	1,3061

Tabel 2. Sudut Bragg hasil difraksi neutron untuk Ni dan parameter variabel.

hkl	$2\theta_o$	$2\theta_c$	$(d_{hkl})_o$	$(d_{hkl})_c$	Y	X
011						
---	20,20	19,998	4,029	4,069	3,5214	0,2521
222						
100	23,40	23,132	3,484	3,524	4,6818	0,2931
111	40,75	40,640	2,029	2,035	1,9265	0,5257
200	47,40	47,280	1,758	1,762	2,0957	0,6213
121	59,20	58,826	1,430	1,439	6,5246	0,8041
220	69,20	69,091	1,244	1,246	1,9038	0,9764
311	83,45	83,356	1,061	1,063	1,6473	1,2622
222	88,00	87,983	1,017	1,017	0,2914	1,3669

Ni, yang kemudian digunakan sebagai data masukan kuadrat terkecil. Hasil perhitungan ini ialah

sebagai berikut. Untuk Al_2O_3 , $a = -0,002$ dan $b = 0,003$ atau $\Delta\lambda = -0,002$. Berdasarkan persamaan (1) diperoleh $\lambda_B = 1,411$ dan $E_B = 41,089$ meV. Untuk Ni, $a = 0,001$ dan $b = 0,002$ atau $\Delta\lambda = 0,001$, $\lambda_B = 1,414$ dan $E_B = 40,915$ meV.

Ternyata untuk Al_2O_3 nilai $\lambda_B < \lambda_0$ ($E_B > E_0$), sedang untuk Ni $\lambda_B > \lambda_0$ ($E_B < E_0$). Hal ini dijelaskan sebagai berikut. Karena Ni adalah kristal magnetik, maka berkas neutron tidak hanya berinteraksi dengan inti atom Ni, tetapi juga dengan momen magnetik atom Ni. Sebagian kecil energi neutron mungkin akan terserap pada waktu proses interaksi. Akibatnya energi berkas neutron yang dihamburkan sedikit berkurang atau panjang gelombangnya bertambah. Al_2O_3 adalah kristal non magnetik, sehingga berkas neutron hanya berinteraksi dengan inti atom kristal. Namun karena atom-atom tersebut bervibrasi, maka akibat pengaruh energi termal ada dua peristiwa yang mungkin terjadi. Neutron menyerahkan sebagian kecil energinya kepada vibrasi kristal, atau sebaliknya mengambil sebagian kecil energi vibrasi kristal. Peristiwa yang terakhir ini yang paling mungkin terjadi, sehingga energi berkas yang terhambur sedikit bertambah atau panjang gelombang menjadi berkurang. Hal ini membuktikan bahwa hamburan Bragg yang elastik sempurna memang sulit ditemukan dalam praktek.

Harga rata-rata dari kedua λ_B yang diperoleh dari kedua sampel ternyata sama dengan λ_0 ($\overline{\lambda_B} =$

$1,4125$, sedangkan $\lambda_0 = 1,413$). Demikian pula nilai untuk energi neutron.

KESIMPULAN

Dari hasil perhitungan yang diperoleh, dapat disimpulkan bahwa metoda kuadrat terkecil layak digunakan sebagai metoda alternatif terhadap koreksi panjang gelombang berkas monokromatik dalam eksperimen dengan teknik difraksi neutron.

Ketika hamburan neutron dari sampel Ni diamati, ada sejumlah kecil energi neutron yang diberikan kepada kristal Ni. Sedangkan ketika hamburan neutron terjadi pada sampel Al_2O_3 ada sejumlah kecil energi vibrasi kristal yang diambil oleh neutron. Jumlah energi yang diberikan itu kira-kira sama dengan jumlah energi yang diambil. Hal ini terbukti dari data yang diperoleh bahwa harga rata-rata neutron yang dihamburkan dari kedua sampel tersebut, hampir sama dengan energi neutron yang datang. Jadi kristal Ni dan Al_2O_3 adalah pasangan sampel standar yang serasi, dan sesuai untuk koreksi dengan metode kuadrat terkecil.

UCAPAN TERIMA KASIH

Ucapan terimakasih disampaikan kepada Mr. Minakawa dan Mr. Shimozo serta Sdr. Ferry atas segala bantuannya.

DAFTAR PUSTAKA.

1. CULLITY, B.D., X-RAY Diffraction, Addison-Wesley Publishing Co., Inc., London (1959).
2. BACON, G.E., Neutron Diffraction, Clarendon Press., Oxford (1975).
3. RIETVELD, H.M., J. Appl. Crystallog., 2. 65 (1969).

DISKUSI

Lasijo:

1. Bagaimana menentukan puncaknya, apakah dengan menggunakan kuadrat terkecil atau tidak?
2. Bagaimana kalau puncak-puncak yang diamati berada di luar range dari puncak-puncak standar?

Engkir Sukirman:

1. Dalam hal ini penentuan posisi puncak tidak dengan metode kuadrat terkecil, tetapi dilihat posisi tertinggi dari intensitas difraksinya.
2. Kalau diamati pada sudut sapuan di luar yang diajukan, dikhawatirkan ada puncak-puncak yang tumpang tindih, sehingga posisi puncak-puncaknya tidak jelas lagi atau tidak dapat diamati.

Mohtar:

Apa bedanya dengan kalibrasi panjang gelombang yang juga menggunakan kuadrat terkecil?

Engkir Sukirman:

Bedanya kalau kalibrasi, biasanya menggunakan salah satu cuplikan standar (Ni atau Al_2O_3), tetapi tidak keduanya. Sehingga data-data least-squares hanya berasal dari salah satu cuplikan standar tersebut.