

UNJUK KERJA FOUR-CIRCLE DIFFRACTOMETER/TEXTURE DIFFRACTOMETER (FCD/TD) UNTUK PENELITIAN TEKSTUR BAHAN (CURRENT STATUS)

Tri Hardi P., Eddy Santoso, Bharoto, Nadi Suparno dan Rifai Muslih

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

ABSTRAK

UNJUK KERJA *FOUR-CIRCLE DIFFRACTOMETER/TEXTURE DIFFRACTOMETER (FCD/TD)* UNTUK PENELITIAN TEKSTUR BAHAN (*CURRENT STATUS*). Percobaan difraksi neutron telah dilakukan dengan menggunakan FCD/TD untuk mendapatkan tekstur bahan dari paduan $MgZn_2$. Paduan ini secara komersial dikenal dengan A-7075. Kesalahan pembacaan sudut difraksi (2θ) eksperimen dibandingkan sudut difraksi (2θ) teoritis pada pola difraksi neutron bahan A-7075 dengan menggunakan sistem kontrol I/O 8255 menunjukkan hasil yang baik untuk percobaan tekstur ($\Delta 2\theta < 0,1^\circ$). Dari gambar kutub terdapat tiga buah distribusi tekstur. Distribusi tekstur arah radial yang diperoleh dengan menggunakan RESA-JAERI dibandingkan dengan arah *hoop* dengan menggunakan FCD/TD BATAN. Tekstur pertama menunjukkan bahwa ada pergeseran posisi intensitas maksimum sebesar ($\Delta\phi, \Delta\chi$) = (15,5). Tekstur kedua menunjukkan orientasi pada posisi yang sama, (ϕ, χ) = (50,25) dan tekstur ketiga menunjukkan pergeseran orientasi tekstur dengan intensitas tertinggi pada (ϕ, χ) = (90,0)

Kata kunci : Four-Circle Diffractometer/Texture Diffractometer, tekstur bahan $MgZn_2$, gambar kutub

ABSTRACT

PERFORMANCE OF *FOUR-CIRCLE DIFFRACTOMETER/TEXTURE DIFFRACTOMETER (FCD/TD)* FOR RESEARCH OF MATERIALS TEXTURE. Neutron diffraction experiments have been performed by using FCD/TD to obtain texture of $MgZn_2$ compound. The compound commercially is known as A-7075. From neutron diffraction pattern of the A-7075, error of reading the diffraction angle ($\Delta 2\theta$) for the experiment using I/O 8255 control system shows a good result for texture experiment ($\Delta 2\theta < 0,1^\circ$). From the pole figure there are three texture distributions. Texture distributions at radial direction which was performed using RESA-JAERI are compared to data at hoop direction obtained by FCD/TD BATAN. First texture shows that texture orientation in (200) plane is shifted about ($\Delta\phi, \Delta\chi$) = (15.5). Second texture is located at the same position at (ϕ, χ) = (50.25) and third texture shows a shift in texture orientation with the highest intensity at (ϕ, χ) = (90.0).

Key words : Four Circle Diffractometer/Texture Diffractometer, texture of $MgZn_2$, pole figure

PENDAHULUAN

Four-Circle Diffractometer/Texture Diffractometer (FCD/TD) dipasang di ruang eksperimen reaktor melalui tabung pemandu neutron NG-2. Difraktometer ini mulai dipasang pada tahun 1990 dan dikalibrasi pada tahun 1992. Sejak tahun 1992 sampai tahun 1998 difraktometer ini telah digunakan untuk penelitian material diantaranya penentuan orientasi kristal dan tekstur bahan [1]. Namun sejak tahun 1998 FCD/TD mengalami kerusakan pada sistem kontrol sehingga tidak bisa digunakan lagi. Untuk mengatasi kerusakan tersebut, pada tahun 2000 dimulai perbaikan dan pembuatan perangkat keras dan perangkat lunak untuk mengganti sistem kontrol yang telah rusak. Sistem kontrol dengan menggunakan PIC menunjukkan satu langkah maju dalam rangka pemulihan kondisi difraktometer neutron yang telah rusak. Dengan menggunakan sistem kontrol PIC difraktometer telah

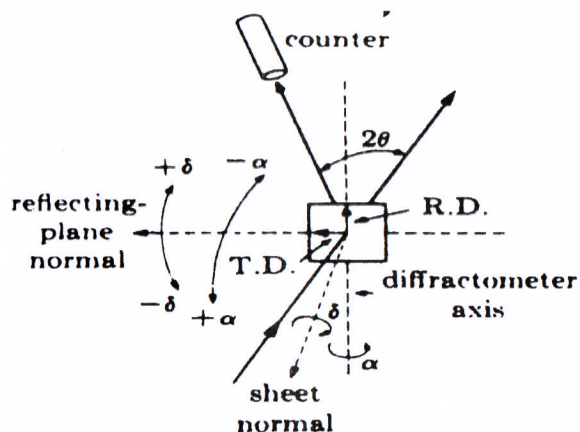
dapat digunakan untuk menganalisis cuplikan standar aluminium [2]. Akan tetapi hasil pencacahan neutron dan sistem kontrol PIC belum menunjukkan hasil yang memuaskan dan sejak itu sistem kontrol PIC diganti dengan sistem kontrol yang baru menggunakan I/O 8255 *Card*. Penyempurnaan dilakukan dengan mengganti seluruh sistem kontrol dan sistem pencacah dari 8 bit pada PIC menjadi 16 bit pada I/O 8255 [2]. Keberhasilan membuat sistem kontrol buatan sendiri [3] telah memacu kembali kegiatan penelitian dengan menggunakan difraktometer tersebut.

Penelitian ini bertujuan untuk menganalisis unjuk kerja FCD/TD menggunakan sistem kontrol I/O 8255 untuk penelitian tekstur bahan. Data hasil percobaan kemudian dibandingkan dengan data yang diperoleh dari RESA-JAERI-Jepang sebagai studi perbandingan.

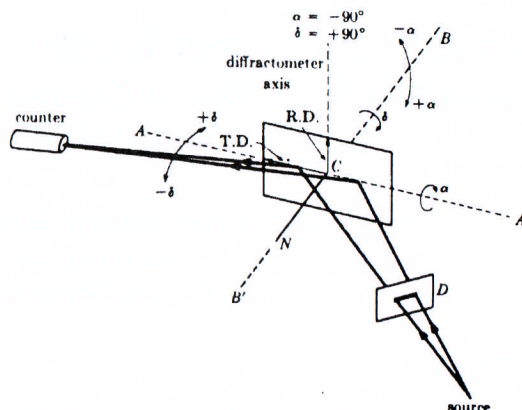
TEORI

FCD/TD yang terpasang di ruang Balai Eksperimen Reaktor diinstal pada *port* tabung pemandu neutron (NG-2) dari lubang berkas S5. Kristal monokromator di set pada jarak 8,05 meter dari dinding permukaan perisai biologi reaktor. Perisai monokromator mempunyai sebuah lubang berkas yang berhubungan dengan sudut hamburan $2\theta_m = 46^\circ$. Untuk penelitian tekstur FCD/TD dilengkapi dengan *Eulerian cradle* yang dipasang di atas meja cuplikan. Jangkauan sudut *eulerian cradle* meliputi $-90^\circ < w < +40^\circ$, $-100^\circ < c < +40^\circ$ dan $-180^\circ < f < +180^\circ$.

Analogi dengan pengukuran tekstur menggunakan teknik sinar-x, teknik difraksi neutron dapat digunakan untuk penelitian tekstur bahan. Dibandingkan dengan teknik difraksi sinar-x, teknik difraksi neutron memiliki beberapa keuntungan berdasarkan sifat interaksi neutron dengan materi. Karena neutron tidak bermuatan maka neutron dapat menembus tidak saja di permukaan bahan tetapi sampai ke dalam bahan uji. Juga adanya *spin* magnetik neutron yang dapat berinteraksi dengan momen magnetik bahan magnet, sehingga dimungkinkan untuk mengamati tekstur tidak saja dipermukaan bahan tapi juga di bagian yang lebih dalam. Tujuan utama eksperimen tekstur adalah untuk mendapatkan gambar kutub (*pole figure*). Terdapat dua jenis pengaturan cuplikan relatif terhadap berkas neutron datang dan neutron terdifraksi yang biasa digunakan yaitu geometri transmisi dan geometri refleksi. Pada metode transmisi, berkas neutron datang diteruskan melalui bahan pada bidang dengan indeks *Miller* tertentu, neutron yang ditransmisi akan dideteksi oleh detektor. Gambar 1 menunjukkan diagram eksperimen tekstur dengan metode transmisi. Pada metode refleksi berkas neutron datang pada bahan dengan sudut datang tertentu. Sudut datang tergantung pada indeks *Miller* bidang kristal yang akan diukur teksturnya. Neutron terdifraksi akan dideteksi oleh detektor. Pada pengukuran tekstur, koreksi absorpsi yang berbeda harus digunakan untuk kedua geometri



Gambar 1. Diagram eksperimen tekstur dengan metode transmisi.



Gambar 2. Teknik Refleksi untuk memperoleh gambar kutub dari distribusi tekstur bahan.

ini. Seringkali pada metode refleksi digunakan pengambilan data dilakukan dalam jangkauan interval sudut $20-90^\circ$. Sudut interval antara 0 dan 20° tidak dapat diukur dengan teknik ini, disebabkan oleh efek defocusing refleksi *Bragg* yang telah dianalisis oleh *Chernock* dan *Beck*. Teknik refleksi dapat juga digunakan untuk menentukan gambar kutub secara keseluruhan dari sebuah *sheet* [4].

METODE PERCOBAAN

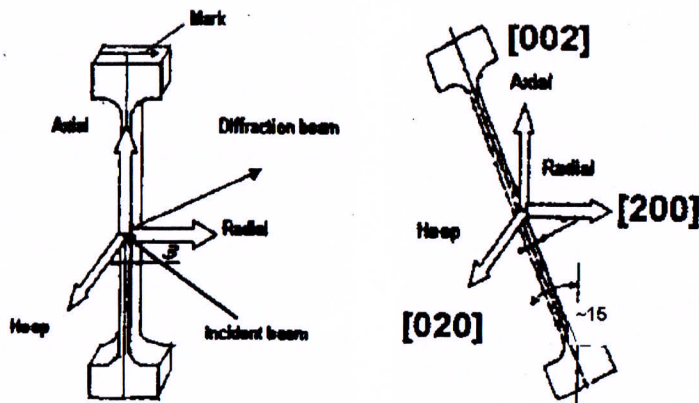
Bahan

Untuk mengetahui unjuk kerja FCD/TD pada penelitian tekstur bahan digunakan bahan paduan $MgZn_2$ yang secara komersial disebut A-7075. Bahan tersebut disebut juga extra super duralumin yang dibuat dengan cara *precipitation-hardening*. Kandungan kimia kecuali aluminium adalah 5,1 sampai 6,1 mass% Zn, 2,1 sampai 2,9 mass% Mg, 1,2 sampai 2,0 mass% Cu. Kandungan ini didasarkan pada *Japan Industrial Standard (JIS)* [4]. Bahan ini memiliki struktur kristal *Face Centered Cubic (FCC)* dengan parameter kisi $a = 0,40545$ nm. Cuplikan mempunyai ukuran panjang 100 mm, lebar 6 mm dan tebal 3 mm

Cara Kerja

FCD/TD menggunakan monokromator Cu(220). Monokromator di set untuk mendapatkan panjang gelombang neutron $\lambda = 0,09975$ nm. Sumber neutron berasal dari reaktor GA Siwabessy yang beroperasi pada daya 15MW. Bukaan *slit* antara monokromator dan cuplikan adalah 1cm(T) x 2cm(L) sedangkan antara cuplikan dan detektor adalah sebesar 3cm(T) x 3cm(L). Jarak antara kolimator setelah monokromator dan cuplikan sebesar 150 cm dan jarak pusat meja cuplikan ke detektor adalah 35 cm. [5]

Untuk mendapatkan indeks *Miller* dari cuplikan, dilakukan pengambilan data pola difraksi bahan. Untuk mengetahui bentuk tekstur A 7075 diukur bidang (111), (200) dan (220). Prosedur pengukuran tekstur adalah



Gambar 3. Metode umum arah pengukuran dan metode tekstur [3].

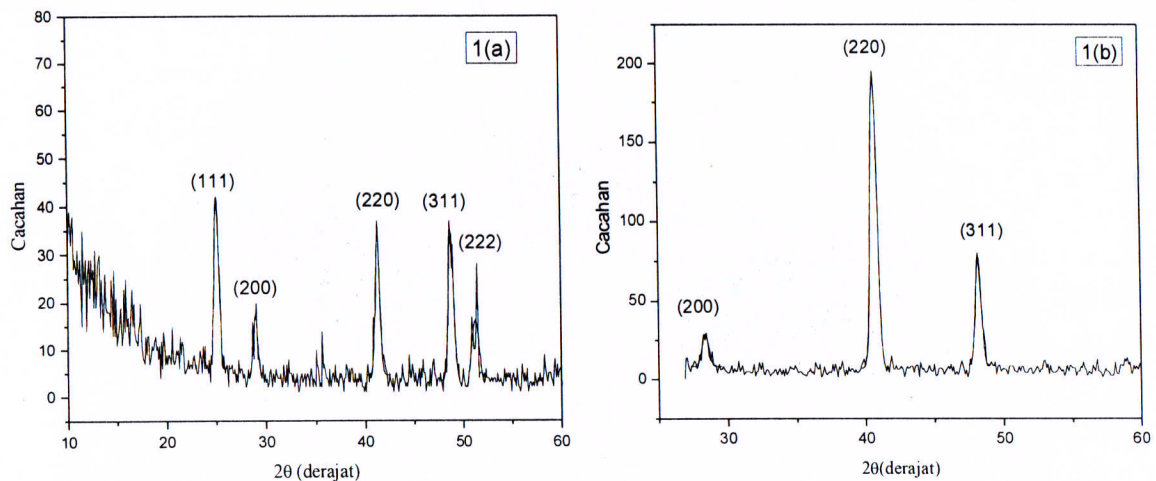
sebagai berikut. Detektor utama BF_3 diset pada sudut 2θ tepat dimana terjadi difraksi pada bidang (200) dan data tekstur diambil dalam arah *hoop*. Pada dasarnya dapat dipilih bidang difraksi (111) atau (220). Langkah berikutnya dilakukan *scan* sudut ϕ dengan *step* $\Delta\phi=5^\circ$ terhadap setiap perubahan sudut χ dengan $\Delta\chi=5^\circ$

HASIL DAN PEMBAHASAN

Dengan menggunakan panjang gelombang neutron ($\lambda = 0,09975$ nm) yang didifraksi oleh monokromator Cu(220) diperoleh pola difraksi neutron. Cacahan neutron yang didifraksi oleh monokromator adalah sebesar 6500 cacahan per detik pada daya reaktor 15MW. Pola difraksi neutron untuk cuplikan A-7075 diperoleh dengan menggunakan 2θ *scan* dengan *step* $\Delta 2\theta = 0,1^\circ$. Pola difraksi neutron tersebut ditunjukkan pada Gambar 4(a) dan Gambar 4(b).

Pola difraksi neutron yang diperoleh dengan menggunakan sistem kontrol PIC dan sistem kontrol I/O 8255 ditunjukkan pada Gambar 4(a) dan Gambar 4(b). Karena difraktometer ini tidak menggunakan *encoder* maka sangat sulit menentukan posisi sudut 2θ yang

sama pada saat pengesetan sudut. Dengan mengasumsikan bahwa dalam menset posisi sudut 2θ tidak memiliki kesalahan paralaks maka penentuan posisi puncak *Bragg* secara eksperimen dapat dibandingkan dengan posisi puncak *Bragg* secara teoritis. Dalam analisis ini akan dibandingkan tiga puncak *Bragg* pada sudut $2\theta = 28,48^\circ, 40,72^\circ$ dan $48,16^\circ$ yang masing-masing berkaitan dengan indeks Miller (200), (220) dan (311). *Fitting* puncak 2θ eksperimen dilakukan dengan menggunakan metode *Gaussian fitting*. Dari hasil *fitting* letak puncak-puncak difraksi *Bragg* dapat ditentukan. Hasil *fitting* ketiga puncak *Bragg* untuk data yang diambil dengan sistem kontrol PIC dan sistem kontrol dengan I/O 8255 ditunjukkan pada Tabel 1. Dari Tabel 1 terlihat perbedaan sudut 2θ teoritis dan 2θ eksperimen. Terlihat untuk ketiga puncak perbedaan sudut dengan menggunakan sistem kontrol PIC (Δ_{PIC}) adalah sebesar $0,5^\circ$ sampai $0,6^\circ$ sedangkan dengan menggunakan sistem kontrol I/O 8255, Δ_{8255} adalah sebesar $\pm 0,1^\circ$. Hal ini menunjukkan bahwa pembacaan sudut 2θ dengan menggunakan sistem kontrol I/O 8255 lebih baik dibandingkan dengan sistem kontrol PIC. Kelebihan ini karena sistem kontrol I/O 8255 memanfaatkan *motor driver Vexta* yang telah tersedia.



Gambar 4. Pola difraksi neutron A-7075 dengan $\lambda=0,09975$ nm, (a) menggunakan sistem kontrol PIC, (b) menggunakan sistem kontrol I/O 8255.

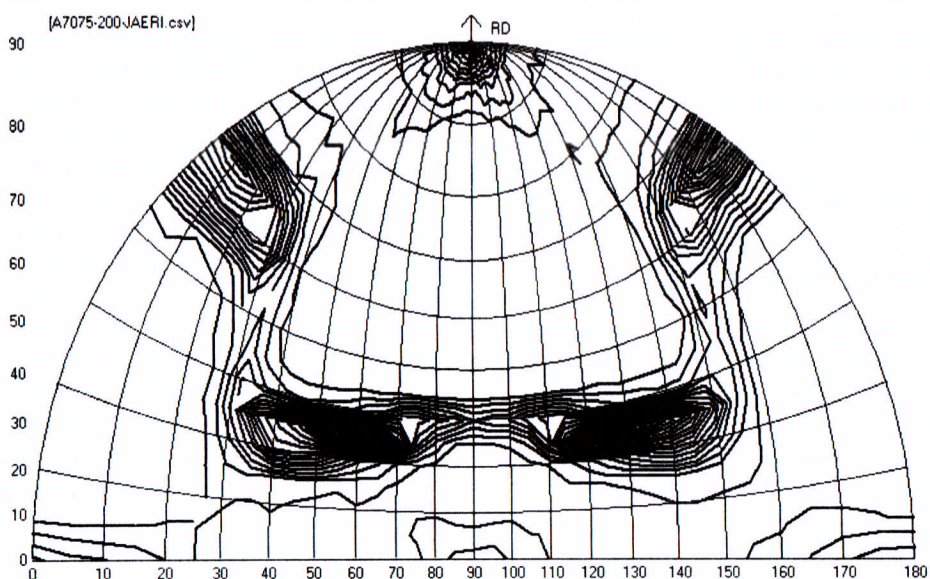
Tabel 1. Pengujian 2θ scan dengan menggunakan sistem kontrol PIC dan sistem kontrol I/O 8255.

2θ _{teori}	2θ _{PIC}	Δ _{PIC}	2θ ₈₂₅₅	Δ ₈₂₅₅
24.60	25.10	0.50	-	-
28.48	28.98	0.50	28.41	-0.07
40.72	41.32	0.60	40.69	-0.03
48.16	48.80	0.64	48.22	0.06
50.44	51.42	0.98	-	-

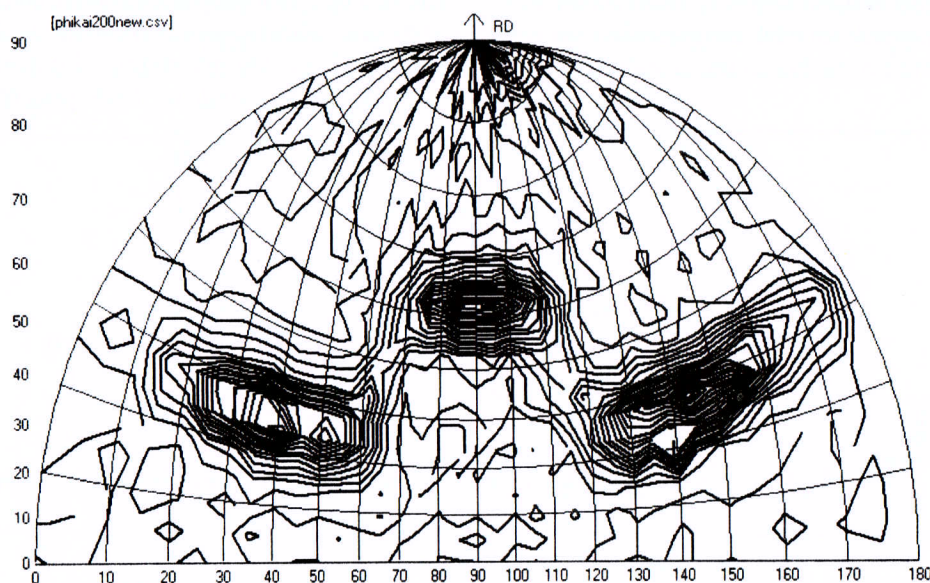
Ditinjau dari rasio intensitas puncak Bragg untuk bidang (200), (220) dan (311) terlihat bahwa rasio intensitas ketiga puncak untuk Gambar 4(a) dan Gambar 4(b) berbeda. Pada Gambar 4(a) intensitas puncak (200) dan (220) terhadap (311) adalah $I(200)/I(311) = 0,327$

dan $I(220)/I(311) = 0,798$ dan pada Gambar 4(b) $I(200)/I(311) = 0,350$ dan $I(220)/I(311) = 3,111$. Turunnya rasio $I(220)/I(311)$ dan naiknya rasio $I(200)/I(311)$ pada Gambar 4(a) dan Gambar 4(b) kemungkinan disebabkan oleh pengaruh *preferred orientation* akibat pengerolan. Efek ini dapat dihilangkan dengan cara merotasi cuplikan selama eksperimen seperti yang dilakukan pada Gambar 4(a). Dari hasil tersebut terlihat bahwa cuplikan terorientasi ke arah $\langle 110 \rangle$. Dari *Gaussian fitting* dapat dihitung lebar puncak rata-rata sebesar $0,5^\circ$.

Setelah pola difraksi diperoleh, eksperimen berikutnya adalah menentukan tekstur bahan. Dalam eksperimen ini diambil satu bidang difraksi. Dalam eksperimen ini pengukuran tekstur dilakukan pada arah



Gambar 5. Distribusi tekstur bahan A-7075 bidang (200) pada arah radial. Data diperoleh dengan menggunakan RESA-JAERI.



Gambar 6. Distribusi tekstur bahan A-7075 bidang (200) pada arah hoop. Data diperoleh dengan menggunakan FCD/TD BATAN.

Tabel 2. Distribusi tekstur A-7075 untuk refleksi (200)

Nomor Tekstur Untuk bidang (200)	Posisi intensitas maximum RESA-JAERI (ϕ_i, χ_i)	Cacahan (I/Imax)	Posisi intensitas maximum FCD/TD-BATAN (ϕ_i, χ_i)	Cacahan (I/Imax)
1	(50, 25)	1067 (0,98)	(50,25)	145 (0,72)
2	(130, 25)	1090 (1)	(145,30)	202 (1)
3	(5, 55)	731(0,67)	(95, 55)	189 (0,94)

<200> dalam arah *hoop*. Pengesetan cuplikan ditunjukkan seperti pada Gambar 3.

Dari Tabel 2 terlihat adanya perbedaan intensitas puncak tekstur dan posisi antara pengukuran yang dilakukan dengan RESA-JAERI [6]. dan FCD/TD-BATAN. Perbedaan penting dari pengukuran yang dilakukan dengan FCD/TD dibandingkan dengan pengukuran dengan RESA adalah arah cuplikan terhadap berkas neutron datang. Pada eksperimen RESA pengambilan data dilakukan dalam arah radial sedangkan dengan FCD/TD pengambilan data dilakukan dalam arah *hoop* dimana sudut berbeda 90° terhadap arah radial. Pada eksperimen tekstur, pengumpulan data dilakukan dengan *preset time*, yaitu 5 menit untuk setiap langkah. Jangkauan sudut $0^\circ < \phi < 180^\circ$ dengan langkah $\Delta\phi = 5^\circ$ dan $0^\circ < \chi < 90^\circ$ dengan $\Delta\chi = 5^\circ$. Dari hasil eksperimen tersebut terlihat pada Tabel 2 bahwa distribusi tekstur ke tiga menunjukkan perbedaan sudut rotasi (ϕ_3) sebesar 90° antara data RESA dan FCD/TD. Dibandingkan dengan data RESA dimana distribusi tekstur diambil dalam arah radial, pada intensitas tertinggi (tekstur no 2) terjadi pergeseran posisi tekstur sebesar $(\phi_2, \chi_2) = (15,5)$ terhadap arah radial. Sedangkan untuk tekstur pertama (tekstur no 1) posisi intensitas tertinggi tidak mengalami perubahan untuk arah radial atau *hoop* yaitu $(\phi_1, \chi_1) = (50,25)$.

KESIMPULAN

Dari hasil eksperimen dengan menggunakan bahan paduan $MgZn_2$ atau A 7075 untuk menentukan unjuk kerja FCD/TD dapat disimpulkan:

1. FCD/TD telah dapat digunakan untuk mendapatkan data tekstur suatu bahan.
2. Sistem kontrol I/O 8255 cukup handal untuk menangani eksperimen tekstur, terbukti selama pengambilan data FCD/TD tidak pernah mengalami gangguan yang disebabkan oleh sistem kontrol.
3. Dalam rangka otomatisasi eksperimen, perangkat keras perlu disempurnakan dengan memasang *encoder* agar kesalahan pembacaan sudut dapat diminimalisasi.
4. Perangkat lunak perlu disempurnakan agar dapat mengambil data pada setiap posisi (ϕ, χ) secara otomatis.
5. Untuk mendapatkan keakuratan data akibat fluktuasi daya reaktor, pengambilan data perlu dilakukan dengan metode *preset count*.

UCAPAN TERIMAKASIH

Penulis mengucapkan terima kasih kepada Dr. Abarrul Ikram sebagai Kepala Balai Spektrometri atas kesempatan yang diberikan dalam rangka peningkatan unjuk kerja FCD/TD.

DAFTAR PUSTAKA

- [1]. *Progress Report Hamburan Neutron 1*, (1996)
- [2]. EDDY SANTOSO, TRI HARDIP. dan BHAROTO, *Prosiding Ilmiah Iptek Bahan ' 02*, Serpong, (2002) 297-302
- [3]. EPUNG SAEPUL B, BHAROTO, EDDY SANTOO, TRI HARDI P, dan AGUS PURWANTO, *Prosiding Seminar Nasional Hamburan Neutron dan Sinar-X ke 5*, Serpong, (2003) 85-91
- [4]. J. SZPUNAR, *Texture and Neutron Diffraction, Atomic Energy Review 14* (2), (1976)
- [5]. LADDERNET PROJECT, *Equipment Specification of FCD/TD for MPR-30*, (1988)
- [6]. NOBUAKI MINAKAWA, YUKIO MORII AND TORU SAITO, *Residual Stress - ICRS-6*, p1112-1115

TANYAJAWAB

Yustinus Purwamargapratala, P3IB - BATAN

Pertanyaan

1. Bagaimana aplikasinya dalam analisis material khususnya material superkonduktor.

Jawaban

1. Bila terjadi orientasi kristalit pada superkonduktor dan bahan tersebut dalam bentuk logam maka tekstur bahan bisa dilakukan dengan FCDTD.

W. Prasuad, P3IB-BATAN

Pertanyaan

1. Apakah data yang dihasilkan sudah langsung dalam bentuk data jadi

Jawaban

1. Saat ini software masih dalam *Q-basic*, dalam pengembangan akan dikonversi ke *visual basic* sehingga data bisa langsung diolah.