



PENENTUAN KONSTANTA (K) PERALATAN SANS DENGAN MENGGUNAKAN CUPLIKAN STANDAR PSH/PSD

A. Insani, A. Ikram dan Indarto P.U

Puslitbang Iptek Bahan - BATAN, Kawasan Puspipstek Serpong, Tangerang

ABSTRAK

PENENTUAN KONSTANTA (K) PERALATAN SANS DENGAN MENGGUNAKAN CUPLIKAN STANDAR PSH/PSD. Telah dilakukan pengamatan pola hamburan neutron cuplikan standar PSH/PSD dengan menggunakan SANS yang terpasang di Balai Spektrometri-P31B BATAN. Dari pengamatan ini telah berhasil dihitung konstanta yang berkaitan dengan peralatan SANS tersebut. Sementara itu konstanta lain yang berkaitan dengan cuplikan standarnya juga telah didapat. Hasil pengukuran dan pengamatan ini telah dibandingkan dengan hasil pengukuran yang diperoleh menggunakan peralatan SANS di JAERI. Meskipun tidak sama persis, hasil tersebut telah menampakkan kesesuaian yang baik. SANS dapat memadai sebagai persyaratan kelayakan sebuah peralatan SANS. Dengan demikian penelitian ini telah menunjukkan bahwa SANS-BATAN Serpong telah dapat digunakan untuk penelitian yang berkaitan dengan struktur berukuran 10 nm sampai dengan 150 nm.

ABSTRACT

DETERMINATION OF INSTRUMENT CONSTANT (K) FROM SANS MACHINE USING PSH/PSD STANDARD SAMPLE. Observation of neutron scattering pattern from PSH/PSD standard sample has been conducted using SANS machine installed at NSL-BATAN, Serpong. From this observation has been calculated of various constants related to the instrument. Those the constants related to the standard sample have been obtained and compared with the constants obtained using SANS in JAERI. Even though the result is not exactly the same, but there is a similarity between them. This result shows that the performance of a SANS machines at Batan is good enough and ready to be used for structural investigation. So, this observation has shown that ready for using research related in the range of 10 nm and 150 nm.

PENDAHULUAN

Hamburan neutron sudut kecil (SANS) merupakan salah satu teknik untuk mengamati berbagai fenomena pada bahan dengan ukuran puluhan sampai ratusan angstrom, seperti presipitat, jarak antar partikel, ukuran partikel dan bentuk partikel. Kelebihan teknik ini terutama pada daya tembus neutronnya yang besar pada hampir semua bahan sehingga penggunaan cuplikan dalam bentuk bulk dapat dilaksanakan. Selain tidak perlukannya penyiapan cuplikan yang memerlukan keahlian tersendiri, penentuan ukuran presipitat dengan teknik ini dapat memberikan harga rata-rata sebenarnya dari ukuran presipitat di dalam bulk tersebut.

Peralatan SANS yang ada di dunia saat ini — biasanya terdiri dari berbagai komponen dengan masing-

masing, antara lain monokromator untuk menyeleksi panjang gelombang yang ingin akan, kolimator untuk menjaga tingkat kolimasi (re-parallel-an) berkas neutron yang sampai pada cuplikan serta detektor yang berfungsi menentukan posisi —zon yang dihamburkan. Meskipun tidak banyak jumlahnya, peralatan yang ada saat ini di dunia masing-masingnya memiliki berbagai cakupan rentang momentum transfer sehingga dapat mengamati berbagai ukuran fenomena. Kalibrasi peralatan dapat dilakukan dengan mengkalibrasi setiap komponen tersebut. Karena hal ini akan banyak membutuhkan waktu dan tenaga, maka saat ini pada berbagai peralatan SANS dilakukan pengkalibrasian secara menyeluruh dengan memanfaatkan cuplikan standar.

Pada penelitian ini dilakukan pengamatan pola hamburan neutron dari cuplikan standar PSWPSD untuk menentukan konstanta (K) peralatan SANS . Konstanta peralatan ini penting untuk menentukan intensitas absolut neutron yang terhambur. Mengingat teknik SANS ini merupakan teknik yang relatif baru di Indonesia, maka pada makalah ini latar belakang teori hamburan neutron sudut kecil disajikan untuk memberikan gambaran secara singkat mengenai proses pengambilan data hamburan tersebut.

TEORI SANS

Hamburan neutron sudut kecil muncul karena adanya fluktuasi kerapatan panjang hamburan pada bahan [1]. Fluktuasi tersebut sebagai contoh dapat ditimbulkan oleh munculnya fasa kedua (presipitat misalnya) pada matriksnya. Sebagai konsekuensinya apabila tidak terjadi fluktuasi maka intensitas hamburan neutron sudut kecilnya akan tidak bergantung pada sudut hamburannya (flat). Tampang lintang SANS dari presipitat-presipitat yang terdistribusi secara acak diberikan melalui ekspresi sebagai berikut :

$$\frac{d\Sigma}{d\Omega} = \left(\frac{n_p \langle V_p^2 \rangle}{N} \right) (\Delta\rho)^2 \langle F^2(Q) \rangle I(Q)$$

dimana n_p adalah jumlah presipitat per satuan volume, sedangkan $\langle V_p^2 \rangle$ adalah kuadrat dari volume rata-rata sebuah presipitat, adalah jumlah atom per satuan volume dan $(\Delta\rho)$ adalah perbedaan rata-rata rapat panjang hamburan antara presipitat dan matriksnya, $F(Q)$ adalah faktor bentuk yang menyatakan hamburan dari sebuah presipitat dan tanda $\langle \dots \rangle$ menyatakan harga rata-rata yang melingkupi berbagai ukuran dan orientasi dari presipitat. $I(Q)$ menyatakan hamburan yang disebabkan oleh interface effect di antara presipitat-presipitat tersebut.

Faktor bentuk di atas dapat didekati melalui [2] :

$$\langle F^2(Q) \rangle = \exp\left(-\frac{1}{3} Q^2 R_g^2\right) \quad (2)$$

Aproksimasi ini berlaku secara umum untuk $QR_g < 1,5$, dimana R_g dikenal sebagai jari-jari girasi Gari-jari Guinier). Hubungan antara jari-jari girasi dengan jari-jari presipitat dapat dinyatakan sebagai berikut [3]:

- untuk presipitat berbentuk bola dengan jari-jari R_s ,

$$R_g = \left(\frac{3}{5}\right)^{\frac{1}{2}} R_s \quad (3)$$

- untuk presipitat dengan bentuk jarum (needles) dengan panjang L_s ,

$$R_g = \left(\frac{1}{12}\right)^{\frac{1}{2}} L_s \quad (4)$$

R_g dapat diperoleh melalui kurva logaritmik tampang lintang sebagai fungsi dari Q^2 . Menggunakan least square fitting, kemiringan kurva dan harga konstantanya (perpotongan kurva dengan absisnya) dapat diperoleh melalui bagian linier dari kurva tersebut untuk kemudian digunakan dalam mengevaluasi harga R_g .

Sementara itu intensitas hamburan neutron yang didapat dari pengukuran masih bersifat relatif. Untuk mendapatkan intensitas absolut diperlukan koreksi dengan menggunakan cuplikan standar [4]. Hubungan antara

intensitas hamburan $I(q)$ dengan diferensial penampang lintang hamburan atau penampang lintang hamburan absolut adalah sebagai berikut : $\frac{d^2 I(q)}{d\Omega dq} = OSd$ sam T

$$dQ \quad (5)$$

(D adalah fluks pada cuplikan, S adalah luas berkas neutron, $dsam$ adalah tebal cuplikan, T_{std} adalah transmisi cuplikan, AQ adalah solid angle (sudut ruang) antara detektor dengan posisi cuplikan, ϵ adalah efisiensi cacahan detektor, dan t adalah waktu cacahan. Persamaan (5) dapat digunakan untuk menentukan intensitas relatif cuplikan standar pada $q=0$. Oleh karena itu persamaan 5 menjadi:

$$I_{std}(q=0) = \Phi S d_{std} T_{std} \Delta\Omega \epsilon t_{std} \left(\frac{d^2 \Sigma_{std}(q=0)}{d\Omega} \right) \quad (6)$$

Subscript std menunjukkan standar. Dari persamaan 5 dan 6 dapat diperoleh :

$$\frac{d^2 I(q)}{d\Omega dq} = \frac{I(q)}{I_{std}(q=0)} \frac{t_{std}}{t} \frac{d_{std}}{d_{sam}} \frac{T_{std}}{T_{sam}} \frac{d^2 \Sigma_{std}(q=0)}{d\Omega} \quad (7)$$

$I(q)$, $dsam$ dan T_{sam} diperoleh dengan pengukuran cuplikan. ds_{std} , T_{std} dan $\frac{d^2 \Sigma(q=0)}{d\Omega}$ adalah konstanta dan bilangan yang sudah diketahui dari cuplikan standar. Persamaan 7 dapat disederhanakan menjadi :

$$\frac{dE(q)}{dq} = ReI(q) \quad (8)$$

Re adalah konstanta yang didefinisikan sebagai:

$$Re = \frac{t_{std} T_{std} \frac{d^2 \Sigma_{std}(q=0)}{d\Omega}}{dsam T_{sam} I_{std}(q=0)} \quad (9)$$

Karena dalam program analisa data SANS telah dimasukkan faktor transmisi T maka setelah intensitas relatif dibagi dengan tebal cuplikan dapat ditentukan konstanta peralatan (K) SANS sebagai [5]:

$$\frac{d^2 \Sigma_{std}(q=0)/d\Omega}{I_{std}(q=0)} \quad (10)$$

TATA KERJA

Polimer PSH/PSD

Polimer PSH/PSD adalah campuran polistirenah8 dan polistirena-d8 (deuterated polystyrene) dengan perbandingan berat 50/50. Cuplikan ini diperoleh dari Prof. H. Hasegawa dari Universitas Kyoto Jepang.

Adapun karakteristik cuplikan standar ini diperlihatkan pada tabel 1 [6].

Tabel 1. Karakteristik cuplikan standar PSH/PSD

Disk	Mx 10 ⁻³		T (cm)	10 ²⁴ 2 cm	
PSH/PSD	PSH : 50	0,50	0,0423	327	0,885
	PSD : 50				

Dari pengukuran Prof. H. Hasegawa diperoleh nilai jari-jari girasi R_g dan penampang lintang hamburan koheren diferensial berturut-turut 5,43 nm dan 44,7 cm⁻¹.

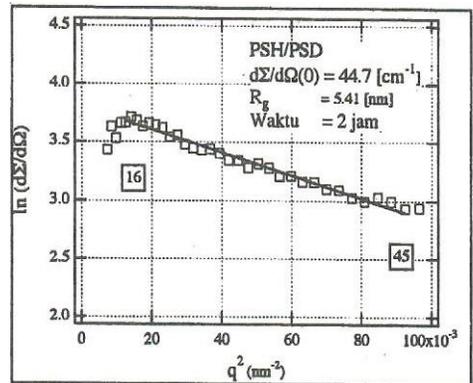
Pengukuran dengan SANS

Pengukuran intensitas hamburan pada cuplikan standar PSH/PSD dilakukan dengan menggunakan peralatan SANS yang terpasang di Balai Spektrometri P31B-BATAN. Parameter yang digunakan adalah panjang gelombang 0,403 nm pada daya reaktor 15 MW, jarak detektor (SDD : Sample to Detector Distance) 10 m

dengan pin hole setting 654322 . Pengambilan data dilakukan selama 2 jam dan pengolahan data hamburan neutron yang digunakan adalah program analisa data SANS-J Analysis revisi 16 Desember 1999.

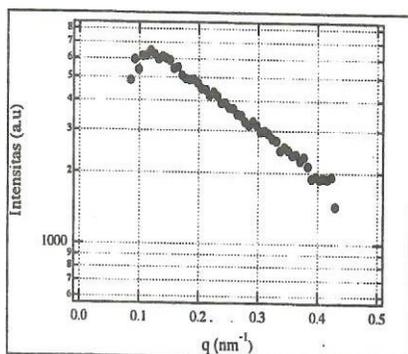
HASIL DAN PEMBAHASAN

Hasil pengukuran intensitas hamburan neutron terhadap cuplikan standar PSH/PSD diperlihatkan pada gambar 1. Untuk mendapatkan jari-jari girasi R_g , dari gambar 1 diplot dengan Guinier plot (gambar 2). Dengan menggunakan persamaan I dapat diperoleh jari-jari girasi R_g. Perhitungan jari-jari girasi R_g diambil antara titik ke 16 dan 45 (q² = 0,0126 0,0925 nm⁻² Dari kemiringan gambar 2 dapat diperoleh jari-jari girasi R_g sebesar 5,41 ± 0,88 nm dan perpotongan dengan sumbu y diperoleh intensitas berkas neutron pada (I_{q=0}) sebesar 166875 ± 1.03 cm⁻²sec⁻¹ . Dengan menggunakan persamaan (1 O) maka diperoleh konstanta peralatan SANS (K) sebesar 2,67 x 10⁴ cm⁻¹ sec.



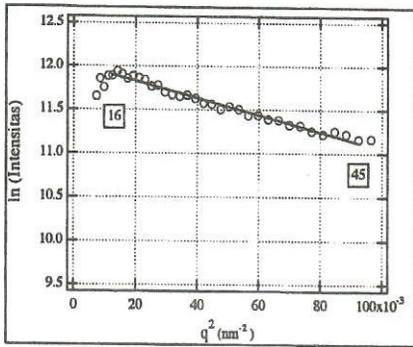
).

q=0



	Peralatan	Jari-jari girasi (R _g) (nm)	Diferensial penampang lintang hamburan d ² /dQ cm ⁻¹
1	SANS-BATAN	5,41	44,7
2	SANS-J	5,47	53,7
3	SANS-U	5,43	44,7

Gambar 1. Profil hamburan neutron dari PSH/PSD



Gambar 2. Guinier plot dari PSH/PSD

Gambar 3 diperoleh dari memasukkan konstanta (K) ke dalam intensitas hamburan neutron cuplikan standar PSH/PSD. Dari gambar 3 diperoleh $d\Sigma(q=0)/d\Omega$ cuplikan standar PSH/PSD sebesar $44,7 \pm 1,01 \text{ cm}^{-1}$.

Gambar 3. q^2 vs $\ln dE/dQ$ dari cuplikan PSH/PSD

Sebagai perbandingan, di bawah ini ditampilkan hasil pengukuran cuplikan standar PSH/PSD dengan menggunakan SANS-J dan SANS-U di JAERI Jepang.

Tabel 2. Hasil pengukuran cuplikan standar PSH/PSD dengan SANS pada berbagai peralatan

Dibandingkan dengan hasil yang diperoleh dari peralatan SANS di JAERI konstanta cuplikan PSH/PSD ini walaupun tidak sama persis, hasil tersebut telah menampakkan kesesuaian yang baik dan memadai sebagai persyaratan kelayakan sebuah peralatan SANS. Dengan demikian penelitian ini telah menunjukkan bahwa SANS-BATAN Serpong telah dapat digunakan untuk penelitian yang berkaitan dengan struktur berukuran 10 nm sampai

dengan 150 nm.

KESIMPULAN

Dari hasil pengukuran dan perhitungan cuplikan standar dengan menggunakan SANS-BATAN diperoleh konstanta peralatan SANS sebesar $2,67 \times 10^{-4} \text{ cm}^{-1} \text{ sec}$ dan jari-jari girasi, penampang lintang diferensial serta intensitas pada $q=0$ dari cuplikan standar PSH/PSD berturut-turut sebesar $5,41 \pm 0,88 \text{ nm}$, $44,7 \pm 1,03 \text{ cm}^{-1}$ dan $166875 \pm 1,03 \text{ cm}^{-2} \text{ sec}^{-1}$. Hasil ini sangat dekat dengan yang diperoleh oleh peralatan SANS lain di JAERI. Kedekatan ini menunjukkan bahwa peralatan SANS BATAN telah siap untuk digunakan dalam berbagai penelitian yang berkaitan dengan pengamatan keteraturan struktur dengan ukuran 10 nm sampai dengan 150 nm.

UCAPAN TERIMA KASIH

Ucapan terima kasih diberikan kepada Prof. H. Hasegawa dari Universitas Kyoto yang telah memberikan cuplikan standar PSH/PSD dan DR. J. Suzuki dari JAERI yang telah berkenan meluangkan waktunya untuk berdiskusi.

DAFTAR PUSTAKA

- [1]. L.A. FEIGIN, et.al, Structure Analysis by SAXS and SANS, Plenum Press, London (1987)
- [2]. A.C.R. GUINIER, Acad. sci., Paris (1937), 204, p.1 1 15
- [3]. P. PIZZI, et.al, J. Appl. cryst., (1974), 7, p.270 [4]. M. SHIBAYAMA, et.al, Proceeding of Workshop on Small Angle Neutron Scattering 1999, Mito Ibaraki-Japan, November 1999, p. 92 101 [5]. J. SUZUKI, Komunikasi pribadi.
- [6]. H.HASEGAWA, Proceeding of Workshop on Small Angle Neutron Scattering 1999, Mito Ibaraki-Japan, November 1999, p. 84~ 91

SOH, 5 Juni