

KEMAMPUAN OPERASIONAL PERANGKAT LUNAK PENGONTROL DAN PEMROSES DATA DIFRAKTOMETER NEUTRON

Engkir Sukirman, Achmad Arslan
Pusat Penelitian Sains Materi - Badan Tenaga Atom Nasional

ABSTRAK

KEMAMPUAN OPERASIONAL PERANGKAT LUNAK PENGONTROL DAN PEMROSES DATA DIFRAKTOMETER NEUTRON. Kemampuan operasional perangkat lunak pengontrol dan pemroses data (PENAKTROL SESTA) difraktometer neutron telah dipelajari. Masalah yang dipelajari adalah kemampuan menyetel sudut, *step scanning*, analisis data, dan analisis Rietveld.

Operasi dilakukan dengan menggunakan PC-98XL 16 bit. Hasilnya menunjukkan bahwa PENAKTROL SESTA mampu:

1. Melakukan penyetelan sudut secara sinkron.
2. Mengontrol/mengendalikan sistem dan melakukan pencacahan sesuai dengan syarat batas yang dikehendaki.
3. Melakukan perhitungan-perhitungan serta mencetak semua data dan gambar yang tampil pada layar.

ABSTRACT

THE OPERATIONAL ABILITY OF THE NEUTRON DIFRACTOMETER SOFTWARE FOR CONTROLLING AND DATA PROCESSING. The operational ability of the neutron diffractometer software for controlling and data processing has been studied. The study is carried out toward ability in angle adjustment, step scanning, data analysis and Rietveld analysis.

The operation was carried out using PC-98XL, 16 bit. From the result acquired can be summarized that the software are able :

1. To control the system and to adjust the angle synchronically.
2. To do the count in accordance with the boundary condition desired.
3. To do the calculations and to print all the data and the figure displayed on screen.

PENDAHULUAN

JICA (Japan International Cooperation Agency) telah menghadihkan sebuah difraktometer neutron kepada BATAN, yang kemudian disebut Difraktometer Neutron JICA. Alat ini dipasang di Reaktor Serba Guna BATAN Serpong pada *beam hole* S6.

Pemasangan dilakukan mulai tanggal 9 November 1987 hingga tanggal 31 Juli 1988.

Difraktometer ini merupakan difraktometer neutron dua sumbu (*two circle type*), yang didesain terutama untuk difraksi sampel serbuk. Namun demikian di kemudian hari dapat dimodifikasi menjadi difraktometer empat sumbu dan atau difraktometer neutron resolusi tinggi (*high resolution neutron diffractometer*).

Difraktometer ini terdiri dari beberapa perangkat yakni:

1. Monokromator.
2. Perisai monokromator.
3. Perisai tambahan.

4. Goniometer.
5. Rangkaian pengontrol dan pengukur.
6. Sistem komputer pengontrol dan pemroses data.
7. *Beam plug* dan *Beam Shutter*.
8. Perangkat lunak pengontrol dan pemroses data.

Perangkat pada nomor urut satu sampai dengan tujuh adalah subsistem, yang biasa dijumpai dalam sistem difraktometer neutron pada umumnya. Sedangkan perangkat yang disebut terakhir, yakni perangkat lunak pengontrol dan pemroses data (PENAKTROL SESTA) merupakan suatu keunikan bagi sebuah difraktometer neutron, yang membedakan difraktometer tersebut dari difraktometer lainnya. Oleh karena itu hal tersebut dipelajari secara khusus dalam makalah ini. Tujuannya adalah agar alat yang dimiliki tersebut dapat dioperasikan/ digunakan dan dimanfaatkan secara optimal untuk keperluan penelitian.

Uraian dalam makalah ini dibatasi hanya dalam hal kemampuan operasionalnya. Ruang lingkup pembahasan meliputi kemampuan operasi program dan fungsinya, tata kerja, hasil dan pembahasan dan ditutup dengan kesimpulan.

Kemampuan operasi program

Program Utama:

PENAKTROL SESTA terdiri dari program utama, program pengukuran, program analisis data, dan program analisis Rietveld. Ketiga program yang disebut terakhir, masing-masing dipilih dan diawali pengoperasiannya melalui program utama. Perangkat lunak pengontrol dan pemroses data dioperasikan pada PC 16 bit dengan kapasitas memori utama 756 KB dan kapasitas memori *hard disk* 20 KB.

Program Pengukuran:

Salah satu langkah yang menentukan kualitas riset adalah pengukuran. Hal ini sangat dimungkinkan karena pada umumnya data yang dikaji atau dianalisis diperoleh melalui pengukuran. Data yang tepat dan teliti tidak hanya tergantung pada kecanggihan dan presisi alat ukur, tetapi juga pada sistem pengukurannya. Difraktometer neutron JICA menyediakan suatu sistem pengukuran yang dikontrol, dipilih, dan dilaksanakan dengan program komputer yang disebut sebagai program pengukuran. Data hasil pengukuran disimpan dalam *file data*, kemudian diolah dengan program analisis data.

Program pengukuran terdiri dari enam buah sub program, tiga diantaranya adalah:

1. Penyetelan sudut (Adjustment of Angle).

Sub program ini berfungsi menyetel goniometer agar posisi awal sampel terhadap berkas neutron yang ditranmisikan (20), sesuai dengan yang dikehendaki.

2. Pencacahan

Difraktometer neutron dilengkapi dua buah detektor, yakni detektor monitor yang ditempatkan pada lintasan berkas radiasi neutron monokromatik sebelum jatuh ke sampel dan detektor utama yang ditempatkan pada lintasan berkas difraksi. Ada dua operasi pencacahan yang dapat dilakukan dengan sub program ini yakni:

- Mencacah intensitas difraksi dalam setiap selang waktu tertentu (*fixed time*)
- Mencacah intensitas difraksi setelah jumlah cacahan tertentu pada detektor monitor tercapai (*fixed monitor count*)

3. Step Scanning

Setelah posisi awal detektor, sampel, dan *mode* pencacahan ditentukan, maka tahap berikutnya adalah melaksanakan pengukuran intensitas difraksi. Pengukuran dilakukan setahap demi setahap sejalan dengan berubahnya kedudukan detektor dan atau posisi sampel. Pengukuran yang demikian ini biasa disebut dengan *step scanning*.

Dalam setiap *step scanning*, grafik intensitas dan harga cacahan sesaat ditampilkan pada layar. Setiap grafik dan data yang tampil tersebut dapat dicetak dengan *printer* ataupun *plotter*.

Program Analisis Data:

Fungsi program analisis data adalah memilih dan melaksanakan perintah analisis data terhadap data yang diperoleh dari hasil pengukuran.

Program ini terdiri dari lima buah sub program yakni :

1. Display (tampilan):

Sub program ini berfungsi menampilkan data hasil pengukuran yang sudah tersimpan dalam *file*

2. Penghapusan *Back Ground* (latar belakang) :

Sub program ini berfungsi menghapuskan intensitas *back ground*.

3. Intensitas Terintegrasi:

Sub program ini berfungsi menghitung intensitas terintegrasi untuk setiap puncak difraksi dan mencetak data dan grafik yang tampil pada layar.

4. Display Daftar 20-d:

Sub program ini berfungsi menampilkan daftar 20-d, intensitas terintegrasi, intensitas relatif, serta mencetak data-data tersebut dengan pola difraksinya.

5. Data Output (keluaran) :

Sub program ini berfungsi menyimpan data pada sebuah *floppy disk*.

Program Analisis Rietveld:

Analisis Rietveld adalah suatu metode analisa terhadap struktur kristal. Analisa ini didasarkan pada suatu konsep bahwa setiap titik pada profil pola difraksi diperlakukan sebagai satu titik, pengamatan, yang mungkin mengandung kontribusi-kontribusi dari sejumlah refleksi Bragg. Pencocokan (*fitting*) profil puncak kalkulasi terhadap profil puncak observasi dilakukan setelah terlebih dahulu dipilih fungsi bentuk puncak (*the peak shape function*) yang paling sesuai.

Ukuran yang menunjukkan tingkat kecocokan harga parameter-parameter kalkulasi terhadap observasi adalah:

1. Harga faktor R, dimana yang harganya lebih kecil menunjukkan bahwa persesuaian antara harga intensitas kalkulasi dengan observasi menjadi lebih baik. Dan berarti pula bahwa parameter profil dan parameter struktur yang diuji semakin mendekati kebenaran.
2. Bentuk grafik profil pola difraksi kalkulasi observasinya yang ditampilkan secara simultan.

TATA KERJA

Kemampuan operasional program pengukuran dipelajari dengan menggunakan pulsa-pulsa dari *pulse generator* sebagai masukan pengganti berkas neutron. Masalah yang dipelajari adalah kemampuan penyetelan sudut, sinkronisasi antara angka yang ditampilkan pada layar dan angka yang ditunjukkan pada goniometer serta kemampuan *step scanning*.

Uji coba program analisis data dilakukan terhadap data difraksi neutron dari sampel Al_2O_3 , sedangkan program analisis Rietveld dipelajari dengan menggunakan dua jenis data difraksi, yakni data difraksi sinar x dari sampel Sr-Cyclo-wollastnite dan data difraksi neutron dari sampel Al_2O_3 . Data-data difraksi tersebut adalah hasil pengukuran yang dilakukan di JAERI [3].

Tabel 1. Data penyetelan sudut θ dan sinkronisasinya.

Tampil pada layar	Terbaca pada goniometer
174,99	175,0
160,00	160,0
150,80	150,8
150,60	150,6
150,40	150,4
150,20	150,2
150,00	150,0

Operasi program pengukuran, analisis data, dan analisis Rietveld dilakukan melalui *key board* PC-98 XL

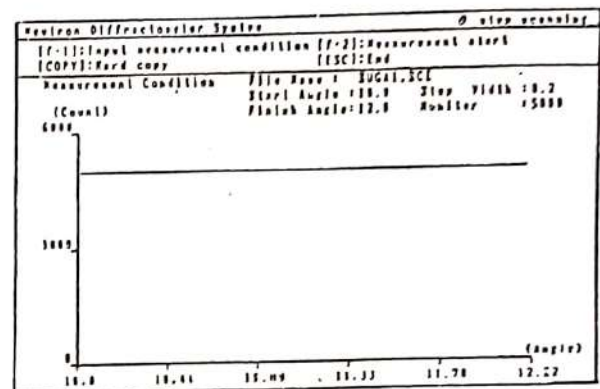
HASIL DAN PEMBAHASAN.

Beberapa produk operasi PENAKTROL SESTA disajikan pada tabel 1.

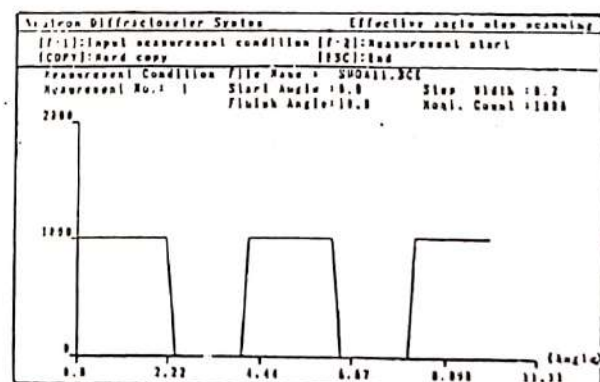
Hasil *step scanning* pulsa dari *pulse generator* terhadap posisi/sudut efektif dapat ditunjukkan pada gambar 1 dan 2.

Tabel 2. Profil pola difraksi observasi-kalkulasi untuk neutron dan sinar-X

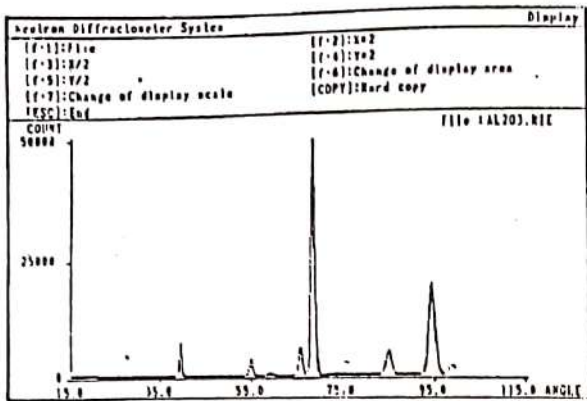
Difraksi	Rwp (%)	Rp (%)	Re (%)	RI (%)	Rf (%)
Neutron	5,34	3,24	2,08	0,74	1,27
Sinar-X	22,14	15,81	7,62	10,17	12,50



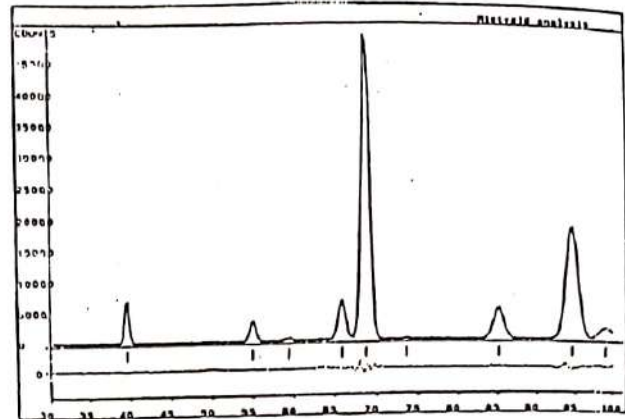
Gambar 1. Hasil *step scanning* pulsa garis terhadap θ .



Gambar 2. Hasil *StepScanning* pulsa persegi terhadapposisi/suduteftif.



Gambar 3. Display pola data difraksi neutron dari sampel Al_2O_3 .



Gambar 4. Profil pola data difraksi observasi kalkulasi dengan program analisis Rietveld.

Produk program analisis data *display* ditunjukkan pada gambar 3.

Profil pola difraksi observasi kalkulasi dengan program analisis Rietveld untuk neutron ditunjukkan pada gambar 4.

Deretan garis-garis pendek vertikal di bawah pola difraksi menunjukkan posisi dimana refleksi Bragg terjadi, dan dibawahnya lagi diplot selisih antara harga intensitas observasi dan kalkulasi. Profil pola difraksi observasi-kalkulasi untuk neutron dan sinar-x masing-masing ditampilkan secara simultan, dan faktor R setelah empat iterasi ditunjukkan pada tabel 2.

Harga faktor R dari difraksi neutron relatif lebih kecil jika dibandingkan dengan harga R dari difraksi sinar-X. Hal ini disebabkan :

a. Kristal yang digunakan pada difraksi neutron yakni Al_2O_3 memiliki simetri struktur yang lebih tinggi, dan terdapat banyak puncak-puncak yang *overlap*. Sedangkan pada pola difraksi neutron (gambar 4), sama sekali tidak ada puncak difraksi *overlap* tersebut.

b. Fungsi bentuk puncak difraksi sinar-X belum sebaik fungsi bentuk puncak untuk difraksi neutron.

KESIMPULAN

Perangkat lunak pengontrol dan pemroses data yang disingkat PENAKTROL SESTA, adalah salah satu perangkat pendukung difraktometer neutron JICA, yang terdiri dari program utama, pengukuran, analisis data, dan analisis Rietveld.

PENAKTROL SESTA terbukti mampu:

1. Melakukan penyetelan sudut secara sinkron.
2. Mengontrol dan mengendalikan pencacahan sesuai dengan syarat batas yang dikehendaki.
3. Melakukan perhitungan-perhitungan intensitas terintegrasi, intensitas relatif, d , 2θ , dan analisis Rietveld.
4. Mencetak semua data dan gambar yang tampil pada layar.

UCAPAN TERIMAKASIH.

Terimakasih penulis sampaikan kepada Mr. Sagawa, Mr. Sugawara, dan Mr. Minakawa dan teknisi BTF PPSM atas bantuannya.

DAFTAR PUSTAKA.

1. Guidebook For Neutron Diffractometer, Japan International Cooperation Agency, Kuroda Precision Industries Ltd., Japan 1987.
2. JICA, Software Specifications For Neutron Diffractometer, Kuroda Precision Industries Ltd., Japan, 1987.
3. ENKIR SUKIRMAN, Uji Coba Perangkat Lunak Analisis Rietveld, Disampaikan pada Pertemuan Presentasi Ilmiah Penelitian Dasar Ilmu Pengetahuan dan Teknologi Nuklir, Yogyakarta, 12-14 April 1988.

4. FUJIO IZUMI, Software Package for The Rietveld Analysis and Simulation of X-Ray and Neutron Diffraction Patterns, KEK Report, National Laboratory for High Energy Physics, Tsukuba, 1986.
5. FUJIO IZUMI, Rietveld Analysis System, RIETAN, Report STA-National Institute for Research in Inorganic Materials, Japan, 1987.

DISKUSI

Lasijo:

1. Apakah programnya masih berbentuk Fortran dan kalau mungkin dapat dimodifikasi ?
2. Bagaimana cara mengoreksi adanya "backlash" ?
3. Dalam analisis Rietveld, puncaknya dianggap gaussian, poison, atau distribusi yang lain ?

Engkir Sukirman:

1. Program ditulis dalam bahasa Fortran-77, dan memungkinkan untuk dimodifikasi.
2. Kami masih melakukan penelitian terhadap masalah ini.
3. Digunakan fungsi Gauss untuk difraksi neutron, sedangkan untuk difraksi sinar x digunakan fungsi Lorentz.

Mohtar:

Di P3FT juga ada difraktometer dengan kemampuan operasional yang serupa, bahkan ada program untuk tekstur langsung sampai ke kontur-konturnya dan *Residual Stress*.

Engkir Sukirman:

Terima kasih atas informasinya.