

Kapabilitas dan Karakterisasi Rigaku MiniFlex Powder Diffractometer

Kardiawarman
Jurusan Pendidikan Fisika-FPMIPA-UPI
Jl. Setiabudi 229-Bandung

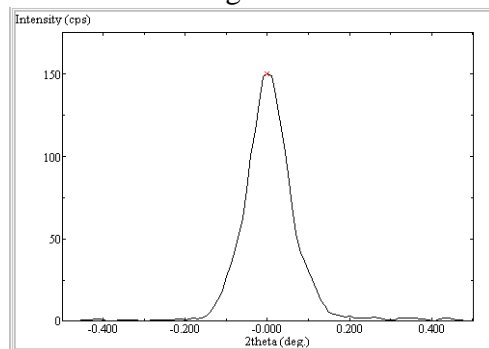
Disajikan dalam Seminar Tahunan Fisika oleh HFI cabang Bandung, 11-8-2000 di ITB

Abstrak

Saat ini di Universitas Pendidikan Indonesia (UPI) telah terpasang sebuah "x-ray powder diffractometer" atas bantuan Proyek Pengembangan Guru Sekolah Menengah (Proyek PGSM). Kapabilitas difraktometer ini tidak hanya tentang kemampuannya untuk membandingkan pola difraksi dari sample-sample berupa serbuk (powdered samples), pelat-pelat logam, dsb., tetapi juga kemampuannya tentang analisa kualitatif, analisa kuantitatif, dan kontrol kualitas dari bahan-bahan mentah (raw materials), dan produk-produk. Untuk keperluan ini, difraktometer ini dilengkapi dengan berbagai perangkat lunak komputer dan database elektronik tentang International Center for Diffraction Data (ICDD). Di samping itu, alat ini juga dilengkapi dengan Auto-sample Changer untuk 6 buah sampel sekaligus. Masing-masing sampel holder dari auto-sample changer itu dapat memutar (spin) sampel dengan laju 54 rpm. Karakteristik alat ini adalah sebagai berikut: Goniometer jenis vertikal, radius goniometer adalah 150 mm, sumbu scanning adalah $\theta/2\theta$, rentang scanning 2θ adalah -3° sampai 150° , minimum step $\theta/2\theta$ adalah $0,01/2\theta$, laju scanning adalah $0,01^\circ/\text{menit}$ sampai $100^\circ/\text{menit}$, x-ray take off angle adalah 6° untuk fokus garis (line focus), dan daya output maksimum sinar-x adalah 1 kW. Dalam artikel ini kami sajikan beberapa hasil pengukuran menggunakan alat ini untuk sampel: SiC, dan NaF. Ketiga sampel tersebut adalah kiriman Phywe.

1. Pendahuluan.

Alat tersebut sudah dipasang dan di uji coba. Dalam proses pemasangan kami melakukan pelurusan (alignment) sumbu optik yang terdiri atas posisi fokus sinar-x, pusat celah divergen (divergent slit), sumbu sampel, pusat celah penerima (receiving slit), dan posisi detektor. Hasil alignment tersebut ditunjukkan pada Gambar 1.



No	2theta
1	0.000

Gambar 1. Posisi puncak hasil alignment sumbu optik

Setelah pelurusan sumbu optik, langkah berikutnya adalah menentukan tegangan tinggi untuk detektor (NaI Scintillation Counter), dan hasilnya adalah 647 volt.

2. Karakteristik Difraktometer Sinar-X.

Difraktometer ini dilengkapi dengan goniometer jenis vertikal yang memiliki radius 150 mm. Sumbu scanning yang dapat dilakukan oleh difraktometer ini adalah hanya $\theta/2\theta$ dengan rentang scanning 2θ antara -3° sampai 150° . Minimum step $\theta/2\theta$

adalah $0,01/2\theta$, dan laju scanning adalah $0,01^{\circ}/\text{menit}$ sampai $100^{\circ}/\text{menit}$. Sinar-X take off angle adalah 6° untuk fokus garis (line focus), dan daya output maksimum sinar-x adalah 1 kW. Di samping itu, alat ini juga dilengkapi dengan Auto-sample Changer untuk 6 buah sampel sekaligus. Masing-masing sampel holder dari auto-sample changer itu dapat memutar (spin) sampel dengan laju 54 rpm.

3. Kapabilitas Difraktometer Sinar-X.

Kapabilitas difraktometer ini tidak hanya tentang kemampuannya untuk membandingkan pola difraksi dari sample-sampel berupa serbuk (powdered samples), pelat-pelat logam, dsb., tetapi juga kemampuannya tentang analisa kualitatif, analisa kuantitatif, dan kontrol kualitas dari bahan-bahan mentah (raw materials), dan produk-produk. Untuk keperluan ini, difraktometer ini dilengkapi dengan berbagai perangkat lunak komputer dan database elektronik tentang International Center for Diffraction Data (ICDD). Di samping itu, alat ini juga dilengkapi dengan Auto-sample Changer untuk 6 buah sampel sekaligus. Masing-masing sampel holder dari auto-sample changer itu dapat memutar (spin) sampel dengan laju 54 rpm.

Database elektronik (ICDD) dalam kaitannya dengan analisa kualitatif disediakan untuk indentifikasi sampel dengan cara membandingkan profil difraksi dari sampel dengan standar profil difraksi dari materi yang diketahui dalam ICDD. Dalam analisa kualitatif ini hasil yang diperoleh adalah berupa posisi 2θ dan intensitas dari setiap puncak. Sebelum menentukan kedua hal tersebut, Software analisa kualitatif ini juga dilengkapi dengan kemampuan memproses: smoothing, background elimination, $K\alpha_2$ elimination, dan peak search. Tampilan dari ICDD itu sendiri dapat dilihat pada Gambar 2, sedangkan hasil analisa kualitatif untuk sampel SiC dapat dilihat pada Gambar 3.

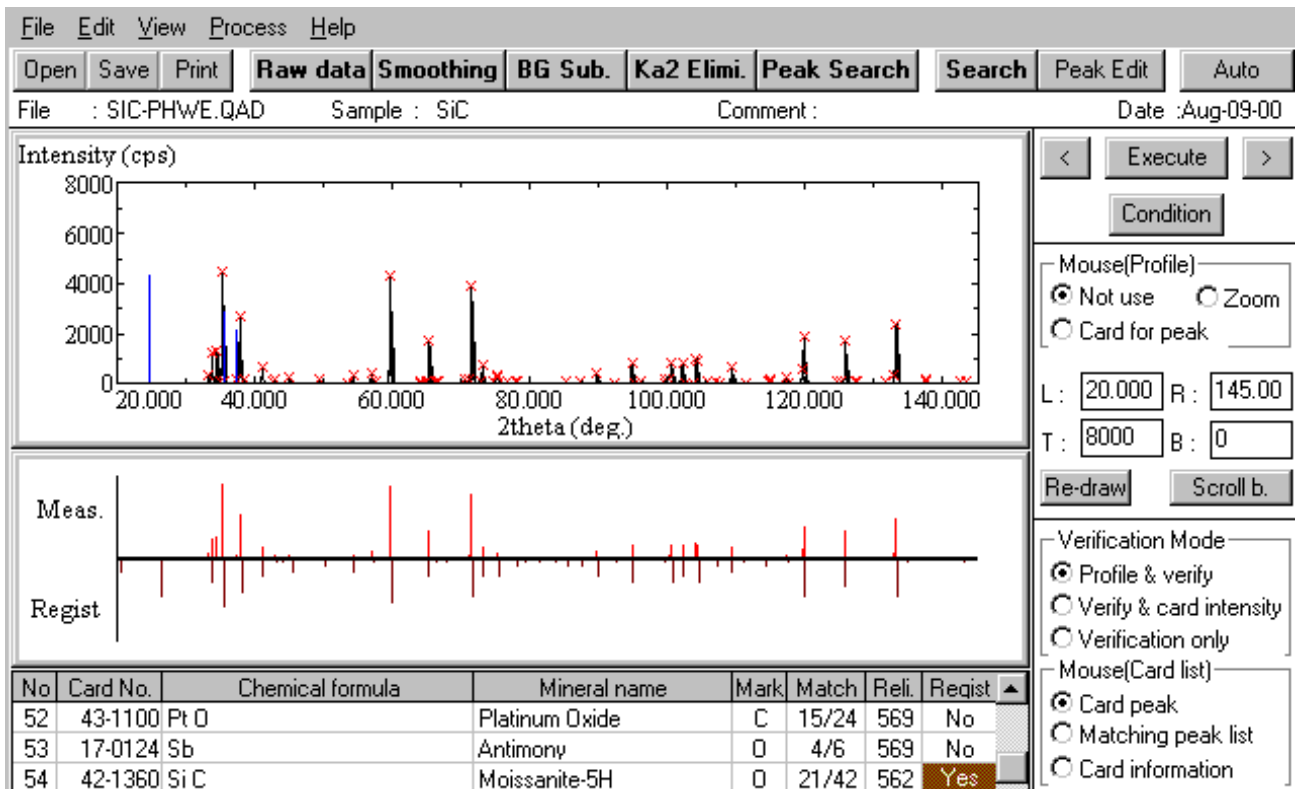
The screenshot shows the ICDD (Inorganic) software window. The title bar reads 'ICDD (Inorganic)'. The menu bar includes 'File', 'Edit', 'Processing', and 'Help'. The toolbar contains buttons for 'Open', 'Execute', 'Detail', 'Select', 'Cancel', 'Print', 'Delete', 'Dupli', 'Amend', 'Peak', 'Input', 'S. Save', 'Save', and 'A. Save'. The main interface is divided into several sections:

- Search Parameters:**
 - Card No.: 04 0857 - 01 0002 Below
 - Quality: 0
 - Formula: Si C
 - Name: (empty)
 - Elements: C Si (have All)
 - System: (empty)
 - 3Int.d-val: 1.5946, 1.4648, 1.3485 Target: Cu
 - Tolerance: 1.0000 Lambda: 1.54050
- Search Results Table:**

No.	2theta	d-value	Int.	h k l
1	34.060	2.6300	50	- - -
2	35.450	2.5300	100	- - -
3	37.766	2.3800	60	- - -
4	41.382	2.1800	30	- - -
5	43.251	2.0900	20	- - -
6	45.303	2.0000	20	- - -
7	54.229	1.6900	20	- - -
8	56.025	1.6400	20	- - -
9	59.175	1.5600	30	- - -
10	60.021	1.5400	80	- - -
11	61.932	1.4970	10	- - -
12	64.977	1.4340	30	- - -
- Reference Database Table:**

Edit	Card No.	Formula	Name	3Int.d-val	3Int.d-val	3Int.d-val	Qu.
	22-1316	Si C	Moissanite-33R, syn	2.5300	1.5400	1.3130	
	22-1317	Si C	Moissanite-4H, syn	2.5730	2.3520	2.5130	I
	29-1126	Si C	Moissanite-2H, syn	2.3570	2.6690	2.5150	C
	29-1127	Si C	Moissanite-4H, syn	2.5790	2.3570	2.5150	C
	29-1129	Si C	Moissanite-3C, syn	2.5200	1.5411	1.3140	I

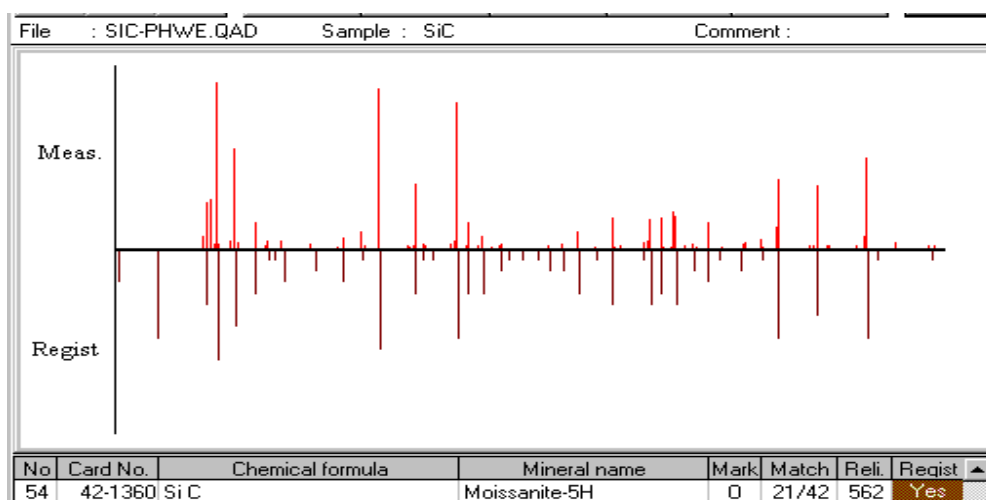
Gambar 2. Tampilan ICDD.



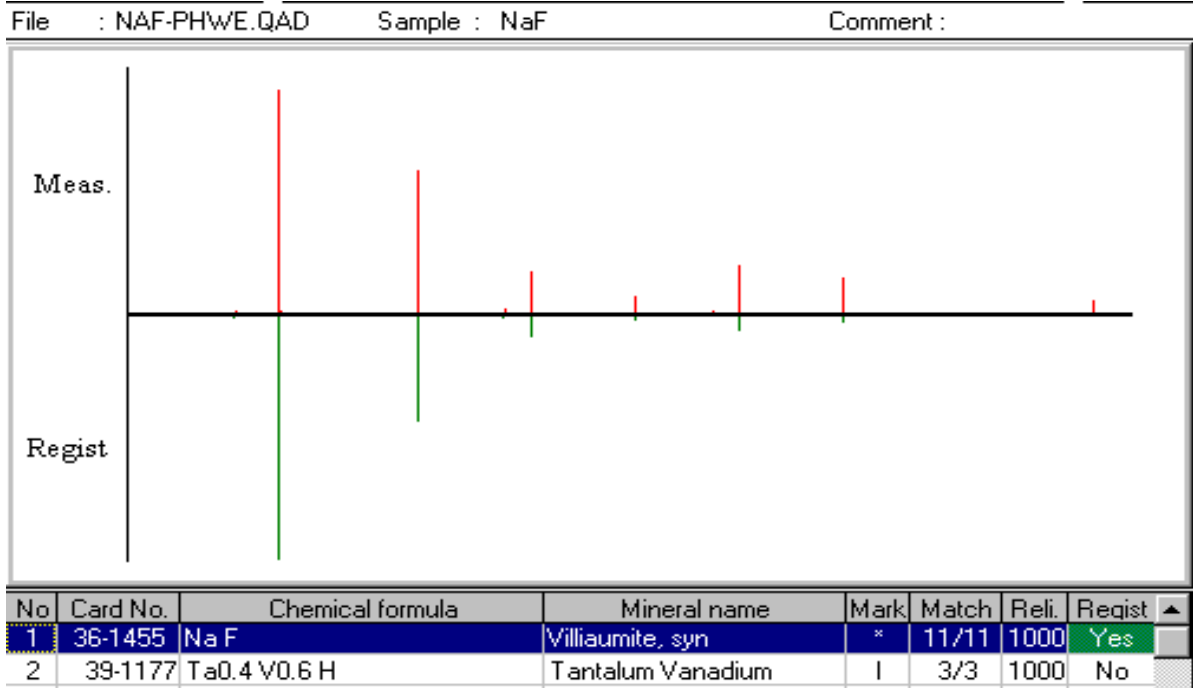
Gambar 3. Hasil Search dan Analisa kualitatif untuk sampel serbuk SiC.

4. Hasil Pengukuran.

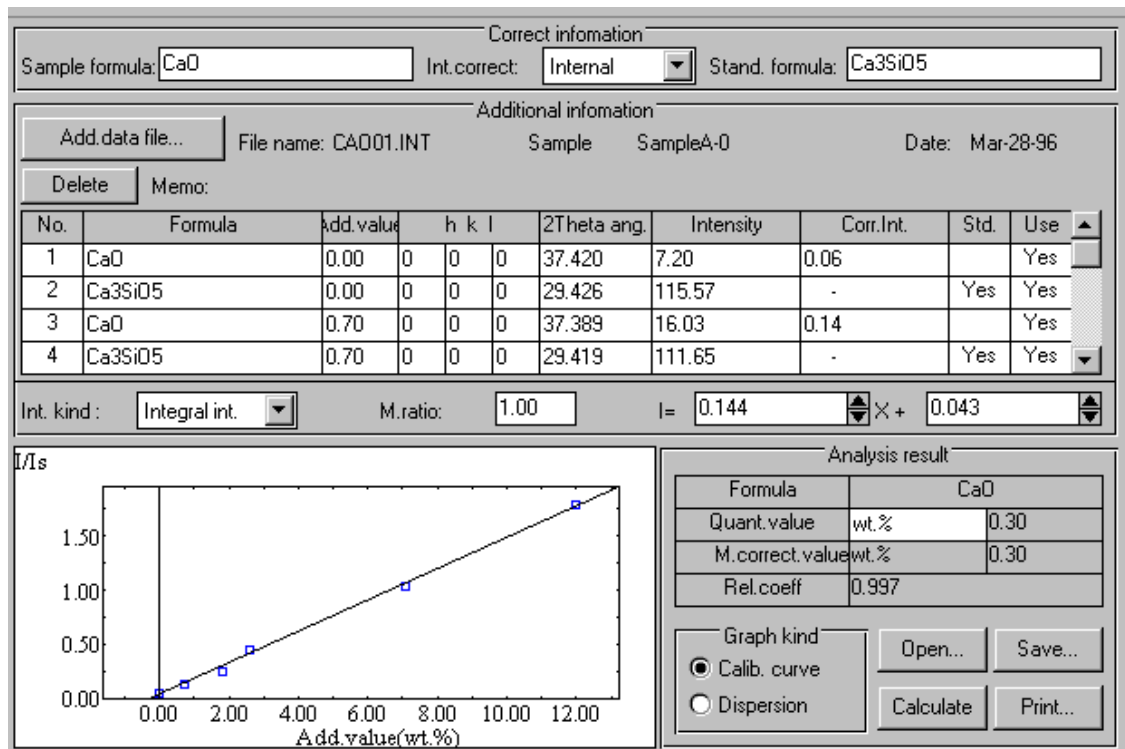
Sampel yang digunakan dalam uji coba ini adalah serbuk: SiC, dan NaF. Ketiga sampel tersebut adalah kiriman dari Phywe, Jerman. Hasil peak search untuk ketiga sampel tersebut masing-masing dapat dilihat pada lampiran. Di samping itu, hasil analisa kualitatif untuk ketiga sampel itu pun dapat dilihat masing-masing pada Gambar 4 dan 5.



Gambar 4. Hasil analisa kualitatif sampel SiC.



Gambar 5. Hasil analisa kualitatif sampel NaF.



Gambar 6. Tampilan hasil analisa kuantitatif (additional method).

Terakhir adalah kapabilitas difraktomere ini dalam hal menganalisa data secara kuantitatif, seperti ditunjukkan dalam Gambar 6. Contoh hasil analisa untuk sebuah sampel dapat dilihat pada Gambar6.

5. Kesimpulan.

Seperti telah dijelaskan di atas, maka difraktormeter dengan semua kapabilitas yang terpasang saat ini telah siap digunakan untuk menganalisa sampel baik secara kualitatif maupun kuantitatif.

6. Pustaka.

1. _____, Instruction Manual X-Ray Diffractometer MiniFlex for Windows, Rigaku Corporation, Jepang, 1998.
2. _____, Instruction Manual MiniFlex Standar Software for Windows, Rigaku Corporation, Jepang, 1998.
3. _____, Instruction Set Manual Qualitative Analysis Software for Windows, Rigaku Corporation, Jepang, 1998.
4. _____, Instruction manual Quantitative Analysis Software for Windows, Rigaku Corporation, Jepang, 1998.
5. _____, Instruction manual ICDD Software for Windows, Rigaku Corporation, Jepang, 1998.
6. _____, Instruction manual Multiple Record Software for Windows, Rigaku Corporation, Jepang, 1998.
7. _____, Instruction manual Sample Changer, Rigaku Corporation, Jepang, 1998.