ANALISIS MATERIAL FERROELEKTRIK DENGAN X - RAY DIFFRACTION (XRD) DAN PROGRAM RIETVELD (STUDI KASUS KH_2PO_4)

Oleh : Irzaman*)

ABSTRACT

A mainframe based Rietveld program has been modified for use on IBM Compatible personal Computers (PC). This PC version of Rietveld program is designed to handle most of the quantitative phase analysis problems with moderate structure complexity.

To begin with, we have an IBM compatible 486 DX/33 MHz personal computer (RAM minimum 8 Mbyte), a Microsoft FORTRAN compiler (version 5.0) and the source code for mainframe based LHPM program D.Y.Li ; J.Y. Li and B H. O'Connor (1991) named the PC version of LHPM program as PCRTVD.

KH_2PO_4 (KDP) crystallizes in a tetragonal structure above 123 K with a non-centrosymmetric point group-42 m. Below T_c an orthorombic phase exists (point group mm) which is ferroelectric whit the spontaneous polarization mainly due to the displacement of K, P and O ions in the direction of the polar c axis. Space group KDP is I - 42 d and Lattice parameter is a = 7,4532 A and c = 6,9742 A.

Result form research Bragg R - Factor KDP with Rietveld program : 7,12 % (<10%).

PENDAHULUAN

Latar Belakang

Fenomena piroelektrisitas yaitu timbulnya polarisasi listrik jika suatu material dipanaskan, telah diketahui sejak lama. Tetapi studi dan penelitian tentang efek piroelektrik ini secara kuantitatif baru dilakukan pada abad ke delapan belas dan abad ke sembilan belas. Studi dan penelitian tentang efek piroelektrisitas menjadi dasar ditemukannya efek lain yaitu piezoelektrisitas dan ferroelektrisitas. Pizoelektrisitas adalah gejala timbulnya polarisasi listrik jika suatu material diberikan tekanan mekanik. Efek ini pertama kali ditemukan oleh J. Curie dan P. Curie pada tahun 1880. Sedangkan gejala ferroelektrik yaitu adanya polarisasi listrik spontan dari material tertentu tanpa gangguan dari luar, ditemukan oleh Valasek pada tahun 1920.

Material ferroelektrik sangat penting untuk dikembangkan dalam industri elektronika.

---

*) Staf Pengajar Jurusan Fisika FMIPA, IPB

Tujuan Penelitian

Penelitian ini bertujuan untuk :

1. Menganalisis sampel material ferroelektrisitas (studi kasus KDP) menggunakan program Rietveld dengan teknik penghalusan parameter-parameter mencakup : faktor skala, pergeseran titik nol (zero point), latar belakang, orientasi yang disukai, bentuk puncak dan faktor suhu.
2. Menganalisis tingkat keberhasilan program Rietveld dengan indikator faktor R Bragg dan Goodnees of Fit (GOF).

Hipotesis

Hipotesis penelitian ini adalah :

1. Metode penghalusan (refinement) dalam program Ritveld adalah mengusahakan agar perubahan harga masukan (input) pada suatu paramater yang diperhalus akan menyebabkan perubahan pada kurva teoritis dan pada akhirnya diharapkan semakin mendekati kurva eksperimen, berarti harga masukan yang digunakan semakin mendekati harga yang sebenarnya.
2. Jika harga masukan yang digunakan semakin mendekati harga yang sebenarnya, maka tingkat keberhasilan program Rietveld dengan Indikator Faktor R_{Bragg} dan Goodness of Fit (GOF) mendekati 0% (atau <10%).

TINJAUAN PUSTAKA

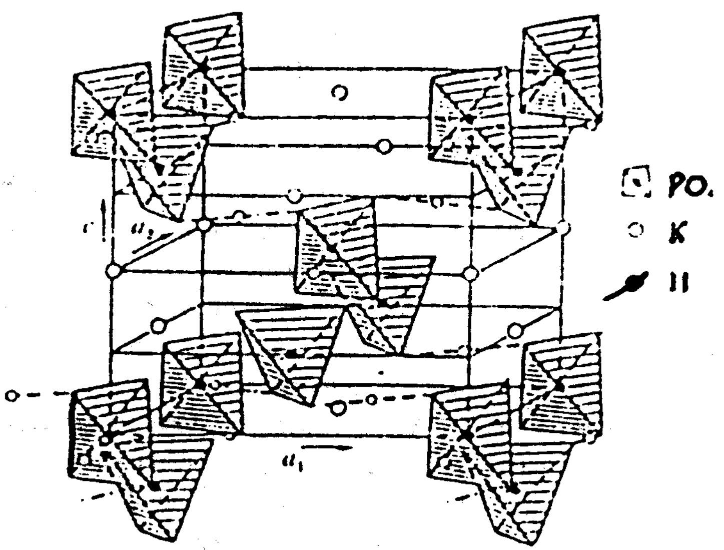
Maz Laue (1912) dalam Cullity (1978) mengatakan bahwa suatu kristal dapat dipakai untuk mendifraksikan berkas sinar X, karena orde panjang gelombang sinar x hampir sama dengan jarak antar atom-atom dalam kristal. Rietveld (1967) telah berhasil membuat suatu program untuk mengidentifikasi material yang dapat digunakan dengan alat difraksi netron. Hill dan Howard (1986) berhasil menyederhanakan program Rietveld, sehingga dapat digunakan pada perangkat VAX mainframe computer IBM.

B.H.O. Connor, Li De Yu dan Jason Li (1991 dalam Desmirta, 1995) mencatat kemajuan dengan membuat program Rietveld yang dapat digunakan pada personal computer (PC) dengan program yang diberi nama PCRTVD, sehingga pemanfaatan dan penggunaannya dapat menjadi lebih luas lagi. Program analisis Rietveld memerlukan Random access memory (RAM) minimal 8 Mega byte dan prosesor jenis 80486 atau lebih.

Sebelum menjalankan program analisis Rietveld diperlukan tiga buah file yang sudah dipersiapkan dengan baik yakni file data dan file input serta file yang kosong. File data berisi kurva eksperimen intensitas (cacah) terhadap sudut difraksi (2θ) yang dinyatakan secara numerik. Sedangkan file input berisi panjang gelombang yang digunakan, pengambilan interval sudut difraksi (2θ), konstanta kisi, posisi atom, space group dan lain-lain. Program Rietveld akan membentuk kurva kalkulasi berdasarkan informasi yang dapat dalam file input.

Patterson (1930) telah melakukan penelitian awal mengenai material ferroeletrik KH_2PO_4 (KDP) dengan teknik XRD. Kristal KDP berstruktur tetragonal di atas suhu 123 K dengan sebuah molekul non simetris pada point group 42 m dan di bawah suhu 123 K berstruktur ortorombik dengan molekul non simetris pada point group mm.

Frazer dan Pepinsky (1953) melakukan penelitian dengan metode XRD serta Bacon dan Pease (1953, 1955) melakukan penelitian dengan metode difraksi netron untuk material ferroelektrik KDP pada kedua struktur yakni tetragonal dan ortorombik. Struktur KDP mengandung dua buah kisi interpenetrasi body centre gugus PO_4 tetrahedral dan dua buah kisi antar penetrasi body centre ion K dan dapat digambarkan sesuai Gambar 1 yang menunjukkan struktur dasar KDP.



Gambar 1. Struktur Dasar KDP

Swanson H. Fuyat (1953) dilanjutkan Natl. Bur. Stand USA (1985) dalam JCPDS - International Centre for Diffraction data (PDF 35 - 0807) mengatakan bahwa struktur KDP adalah tetragonal dengan parameter kisi a = 7, 4532 Å dan c = 6,9742 serta space group : I - 4 2 d (122)

METODE PENELITIAN

Tempat dan Waktu Peneltian

Tempat penelitian dilaksakan di Laboratorium XRD Universitas Indonesia Salemba dan Depok. Penelitian dilaksanakan bulan Oktober 1996 sampai dengan April 1997.

Analisis Laboratorium

1. Pembuatan Preparasi Sampel
   Dilakukan dengan langkah-langkah berikut :
   a). Ambil 15 gram KDP dan dihaluskan dengan ulekan porselin selama 1 jam;
   b). Masukkan 15 gram KDP ke dalam 5 buah paralon berdiameter 2 cm dan tinggi 5 mm (masing-masing 3 gram) dengan bagian belakang diberi isolasi yang berfungsi sebagai penahan sampel;
   c). Letakkan paralon berisi 3 gram KDP di alat Hidrolik Press yang ditera pada 12 - 15 ton ;
   d). Akhirnya di dapatkan lempengan KDP yang siap diletakkan pada XRD untuk analisis laboratorium selanjutnya.
2. Analisis data XRD (data eksperimen)
   Dilakukan dengan langkah-langkah berikut :
   a). Lempengan KDP diletakkan pada pusat goniometer dan diiradiasi dengan sinar x yang dipancarkan dari suatu tabung sinar x. Spektrum difraksi sinar x dideteksi oleh detektor solid state detektor (SSD) dan pada pola difraksi dicatat langsung oleh chart recorder
   b). Mentera sudut difraksi (2θ) mulai 25.600. sampai dengan 99.960 dengan step 0,040 yang menghasilkan intensitas sinar x dari KDP dicetak oleh pencetak (printer) yang dikendalikan dalam program komputer. Hasil data XRD (file data) disimpan dalam disket untuk dianalisis dalam program Rietveld.
3. Analisis data program Rietveld (data kalkulasi)
   Menjalankan program Rietveld bernama PCRTVD dilakukan langkah-langkah berikut :

a). Menyiapkan tiga buah file dengan baik yakni : file data (hasil data XRD) dan file input (program dibuat sendiri) berisi panjang gelombang yang digunakan XRD, pengambilan sudut difraksi 2θ, teknik penghalusan Rietveld dan file output yang kosong;
b). Memanggil program Rietveld bernama PCRTVD untuk menghitung data kalkulasi;
c). Mendapatkan hasil olahan data dari PCRTVD dengan analisis jika indikator faktor R-Bragg lebih kecil dari 10% maka file input yang dibuat sendiri dikatakan cukup berhasil.

4. Dasar-dasar Metode penghalusan Analisis Rietveld

Analisis Rietveld adalah suatu metode pencocokan antara kurva teoritis dengan kurva eksperimen sampai terdapat kesesuaian antara kedua kurva secara keseluruhan. Kurva eksperimen (observasi) adalah susunan pola-pola difraksi antara sudut difraksi (2θ) dengan intensitasnya yang di dapatkan dari alat difraksi sinar x (XRD). Kurva teoritas (kalkulasi) adalah kurva yang didapatkan dari hasil analisis Rietveld. Kesesuaian ke dua kurva diusahakan dengan metode kuadrat terkecil (least square) yang dilakukan secara berulang-ulang (iterasi) sehingga terdapat kecocokkan antara ke dua kurva yang berarti terdapat kecocokkan antara data yang diamati dengan data kalkulasi. Ketidakcocokan antara ke dua kurva tersebut dapat kita amati dalam persamaan berikut :

$$S_y = \sum_i W_i (y_i - y_{ci})^2 \qquad (1)$$

dengan : W_i = faktor pemberat = 1/yi ;
y_i = Intensitas yang diamati pada langkah ke i ;
y_{ci} = Intensitas yang dihitung pada langkah ke i

Semakin besar harga S_y menunjukkan masih banyak ketidakcocokan antara kurva eksperimen dengan kurva teoritis. Hasil yang diinginkan adalah harga S_y sekecil mungkin, atau intensitas teoritis semakin mendekati intensitas eksperimen (observasi). Kurva teoritis dipengaruhi beberapa faktor, sesuai dengan persamaan berikut :

$$y_{ci} = S \, \Sigma \, Lk \, |Fk|^2 \, \phi(2\theta_l - 2\theta_k) \, P_k \, A + y_{bi,} \qquad (2)$$

dengan :
y_{ci} = Intensitas kalkulasi (teoritis) ;
S = Faktor skala;
K = Indeks Miller h, k, 1, dari refleksi Bragg;
L_k = Faktor Lorentz, polarisasi dan faktor multiplisitas;

F_k = Faktor struktur refleksi Bragg ke k;
$\phi\ (2\theta_I - 2\theta_k)$ = fungsi profil refleksi;
Pk = Orientasi yang disukai (preferred orientation) ;
A = Faktor absorpsi dan suhu;
y_{ib} = Intensitas latar belakang (back ground) ke i

Perhitungan metode kuadrat terkecil ditunjukkan dengan menggunakan persamaan yang mengakibatkan penurunan seluruh intensitas yang dihitung (y_{ci}), dengan mengatur masing-masing parameter yang dapat dirubah, sesuai dengan matriks normal sebagai berikut :

$$M_{jk} = -\sum_i 2W_i\left[(y_i - y_{ci})\frac{\partial^2 y_{ci}}{\partial x_j\, \partial x_k} - \left(\frac{\partial y_{ci}}{\partial x_j}\right)\left(\frac{\partial y_{ci}}{\partial x_k}\right)\right], \tag{3}$$

dengan : x_j, x_k adalah parameter yang diatur, agar terpenuhi S_y menjadi minimum, maka diperlukan syarat minimum, sebagai berikut :

$$M_{jk} = \frac{\partial^2 S_y}{\partial x_j\, \partial x_k} < 0, \tag{4}$$

$$\frac{\partial S_y}{\partial x_j} = -\sum_i 2\ W_i(y_i - y_{ci})\frac{\partial y_{ci}}{\partial x_j}, \tag{5}$$

$$\frac{\partial^2 S_y}{\partial x_j \partial x_k} = -\sum_i 2\ W_i(y_i - y_{ci})\frac{\partial^2 y_{ci}}{\partial x_j \partial x_k} + \sum_i 2\ W_i\left(\frac{\partial y_{ci}}{\partial x_j}\right)\left(\frac{\partial y_{ci}}{\partial x_k}\right). \tag{6}$$

Dengan demikian akan ada proses penambahan dan invers sebanyak m oleh matriks m, dengan m adalah jumlah parameter yang diperhalus. Karena sisanya fungsi non linear, maka pemecahannya harus ditentukan dengan prosedur iterasi, dengan perubahan Δx_k dirumuskan sebagai berikut :

$$\Delta x_k = M_{jk}^{-1}\ \frac{\partial S_y}{\partial_{xk}} \tag{7}$$

5. Hal-hal yang diperhalus (refinement)

Perubahan harga masukan (input) pada suatu parameter akan menyebabkan terjadinya perubahan pada kurva teoritis. Perubahan kurva teoritis ini dapat menjadi lebih mendekati kurva eksperimen (observasi) atau sebaliknya.

Dengan mengusahakan agar perubahan yang terjadi semakin mendekati kurva eksperimen yang berarti pula harga masukan yang digunakan samakin mendekati harga yang sebenarnya. Inilah yang dimaksud dengan metode penghalusan (refinement).

Untuk mencari nilai karakteristik suatu material dengan menggunakan program Rietveld tersedia puluhan parameter yang dapat diperhalus sesuai dengan kondisi fase material itu sendiri. Dalam meneliti karakteristik KDP (KH_2PO_4), penulis membatasi jumlah parameter yang diperhalus, yaitu :

a). Faktor Skala

Karena proses penghalusan dilakukan berulang-ulang dan sering kali dilakukan dalam waktu yang berbeda, dapat menyebabkan penggeseran skala antara kurva teoritis dan kurva eksperimen. Untuk itu diperlukan penghalusan faktor skala.

b). Penggeseran titik nol (zero point)

Antara kurva eksperimen dan kurva teoritis dapat terjadi ketidaksamaan titik nol, karena adanya penggeseran kurva teoritis akibat harga-harga masukan yang dipilih. Untuk memperkecil antara kurva tersebut dapat dilakukan dengan mengaktifkan kerja kode (code work) titik nol dan memasukkan harga masukan yang mendekati.

c). Latar Belakang (background)

Setiap intensitas untuk masing-masing interval dalam file data, tampilan penghalusan program Rietveld diubah menjadi satu titik. Semua data tersebut akan sambung menyambung membentuk pola puncak-puncak intensitas dengan latar belakang yang tertentu. Latar belakang yang terbentuk dari kurva eksperimen dapat didekati dengan persamaan berikut :

$$ybi = \sum_{-1}^{4} B_m (2\theta)^m, \qquad (8)$$

dengan : B_m adalah parameter latar belakang yang diperhalus

Untuk latar belakang ini disediakan 6 kerja kode, sehingga kita dapat menyesuaikan bentuk latar belakang yang tampak dalam intensitas eksperimen dengan persamaan (8) yang kita pilih.

d). Bentuk puncak (U, V, W)

Puncak-puncak intensitas yang tampak pada kurva eksperimen tentu tidak sama dalam hal ketajaman dan bentuk. Karena itu diperlukan suatu persamaan yang dapat mendekati puncak-puncak yang terjadi. Menurut Coglioti (1958) dalam Young (1993) rumus puncak-puncak intensitas yang biasa disebut : FWHM (Ful widht - at - Half - maximum) adalah :

$$H^2 = U\,tg^2\Theta + V\,tg\,\Theta + W \quad (9)$$

dengan : U, V, W = parameter yang diperhalus ; Θ = sudut difraksi.

e). Faktor Suhu (M)

Faktor suhu didapat dari persamaan faktor struktur, sebagai berikut :

$$F_k = \Sigma\, D \exp [\, 2\,\pi + (hx + lz] \exp (-M) \quad (10)$$

$$M = B \sin^2 \Theta / \lambda^2$$

dengan :

h, k, l = indeks Miller ; D = parameter posisi tom dalam unit sel ;
B = faktor pembobot ; M = faktor suhu $\cdot\lambda$ = panjang gelombang sinar x yang digunakan.

f). Orientasi yang disukai (preferred Orientation)

Perbedaan orientasi dapat terjadi pada pertumbuhan kristal diatas substrat. Bidang kisi dalam sebutir-sebutir dapat memperlihatkan orientasi kristal secara acak bahkan memperlihatkan suatu kecenderungan yang tinggi pada arah tertentu, inilah yang disebut tekstur. March dan Dollase (1986) mengatakan bahwa sebuah kristal dapat dikatakan memiliki derajat orientasi (r) yang tinggi pada arah tertentu, jika harga r < 1, tetapi jika r = 1 maka kristal tersebut tidak memiliki derajat orientasi. Rumus yang digunakan dalam perhitungan ini adalah :

$$I_k \text{ (orientasi)} = P_k\, I_k \text{) random} \quad (12)$$

$$P_k = \frac{1}{\sqrt{\left(r^2 \cos \alpha_k + r^{-1} \sin \alpha_k\right)^3}}, \quad (13)$$

$$\cos \alpha_k = \frac{h_1 h_2 + k_1 k_2 + l_1 l_2}{\sqrt{\left(h_1^2 + k_1^2 + l_1^2\right) + \left(h_2^2 + k_2^2 + l_2^2\right)}}, \quad (14)$$

dengan : I_k (oriented) = intensitas hasil eksperimen ; I_k (random) = intensitas acak ; α_k = sudut antara dua buah bidang kristal ; r = koreksi intensitas (derajat orientasi) ; P_k = konstanta pembanding antara I_k (oriented) dengan I_k (random).

6. Indikator R dan GOF

Untuk mengevaluasi bahwa program Rietveld telah memenuhi kriteria yang diharapkan maka diperlukan petunjuk yang disebut indikator R. Menurut R.A. Young (1993) mengatakan bahan Indikator R merupakan petunjuk tentang tingkat keberhasilan suatu program dalam Rietveld. Indikator R di antaranya sebagai berikut :

a). Faktor R-Bragg (R_B) ;

Faktor R-Bragg adalah hasil bagi antara penggabungan dari nilai mutlak selisih intensitas kurva eksperimen (I_{ok}) dan kurva teoritis yang ditinjau pada refleksi Bragg ke k di akhir putaran penghalusan (iterasi) (I_{ck}) dengan jumlah dari nilai mutlak intensitas kurva eksperimen yang ditinjau pada refleksi Bragg ke "k" di akhir putaran penghalusan (iterasi) (I_{ok}) dan dirumuskan sebagai berikut :

$$R_B = \frac{\sum |I_{ok} - I_{ck}|}{\sum I_{ok}}, \qquad (15)$$

nilai RB lebih kecil dari 30 % dapat dikatakan cukup memuaskan,

b). R-pola (R_p) dan R-pola dengan pemberat (R_{wp})

Langfor dan Louer(1996) dalam Hendry (1996) mengatakan bahwa R-pola (R_{pola}) dan R-pola dengan pemberat (R_{wp}) adalah : hasil bagi antara penggabungan dari nilai mutlak selisih seluruh faktor intensitas kurva eksperimen (y_{oi}) dan kurva teoritis yang diamati pada langkah ke - i (y_{ci}) dengan jumlah dari nilai mutlak intensitas kurva eksperimen yang diamati pada langkah ke I (y_{oi}) dan dirumuskan sebagai berikut :

1). Rumus R_{pola} adalah :

$$R_{pola} = \frac{\sum |y_{oi} - y_{ci}|}{\sum y_{oi}}, \qquad (16)$$

2). Rumus R_{wp} adalah :

$$R_{wp} = \left[\frac{\sum w_i (y_{oi} - y_{ci})^2}{\sum w_i \, y_{oi}^2} \right]^{\frac{1}{2}}, \qquad (17)$$

Nilai R_{pola} maupun R_{wp} lebih kecil dari 50% dapat dikatakan cukup memuaskan, c). *Goodness of fit (GoF)* :

Untuk menentukan tingkat keberhasilan selain Faktor R dapat memakai Penyesuaian Terbaik (*Goodness of Fit = GoF*). Nilai ideal GoF adalah 1,2 < *GoF* <2,0; dan *GoF* dirumuskan sebagai berikut :

$$GOF = \left[\frac{S_y}{N - P}\right]^{\frac{1}{2}}, \quad (18)$$

dengan :

I_{ok} = Intesitas kurva eksperimen yang ditinjau pada refleksi Bragg ke k di akhir putaran penghalusan (iterasi)

I_{ck} = Intesitas kurva teoritis yang ditinjau pada refleksi Bragg ke k di akhir putaran penghalusan (iterasi);

y_{oi} = Intesitas kurva eksperimen yang diamati pada langkah ke i.

y_{ci} = Intesitas kurva teoritis yang diamati pada langkah ke i.

W_i = Faktor pemberat = 1/yi.

N = Jumlah titi (data) numerik yang diobservasi.

P = Jumlah parameter penghalusan yang digunakan

HASIL DAN PEMBAHASAN

Identifikasi Awal

Sebelum menganalisis sampel KDP (KH_2PO_4) dengan program rietvled, terlebih dahulu dicari hubungan intensitas dengan sudut 2θ dalam bentuk data numerik dan disusun dengan format data seperti lampiran 1. Untuk KDP nilai interval yang digunakan adalah 0,04° terhadap sudut 2θ dan bergerak mulai dari 25,60° sampai dengan 99,96°.

File-file yang dibuat dengan program Rietveld dan data keluaran (file output)

Awal menjalankan program penghalusan untuk analisis KDP dimasukkan 3 file mencakup :

a. Data numerik dari XRD dengan kode Kdprox1.dat, sesuai Lampiran 1. Kdprox1.dat membentuk kurva eksperimen (Observasi) sesuai Gambar 1.
b. Analisis teoritis yang dibuat sendiri sesuai program Rietveld dengan kode kdprox1.inp, sesuai Lampiran 2. Kdprox1.inp membentuk kurva teoritis (kalkulasi) sesuai gambar 2, sedangkan Gambar 3 menunjukkan selisih intensitas antara kurva eksperimen dengan kurva teoritis.
c. File kosong dengan kode pkdprox1.inp. Fungsi pkdprox1.inp adalah sebagai masukan yang berharga untuk memperbaiki kdprox.inp (dalam butir b).

Setelah menjalankan program di atas akan mendapatkan hasil olahan data dari Program Rietveld dengan kode OUTKDPR1.LOG dari Kdprox1.inp sesuai Tabel 1. OUTKDPR1.LOG berisi harga-harga indikator R dan GOF terlihat dalam Tabel 1 bahwa R_{Brogg} (R_B) = 7,12% (<10%) berarti program kdprox1.inp cukup memuaskan. Nilai indikator R dan GOF sesuai rumus (15), (16), (17), (18).

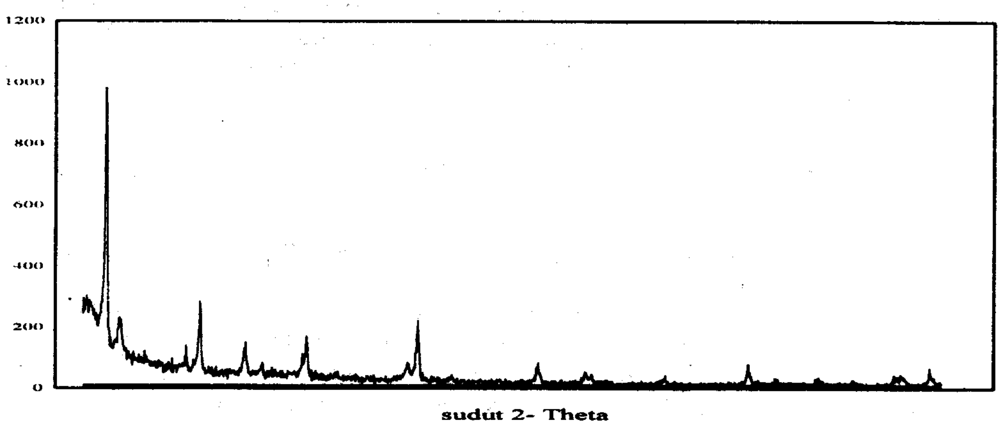
Hasil Paramater yang diperhalus

a). Faktor Skala
Harga faktor skala yang didapatkan untuk KDP sebesar 0,1530063 (dapat dilihat dalam Lampiran 2 baris 29 kolom 1)

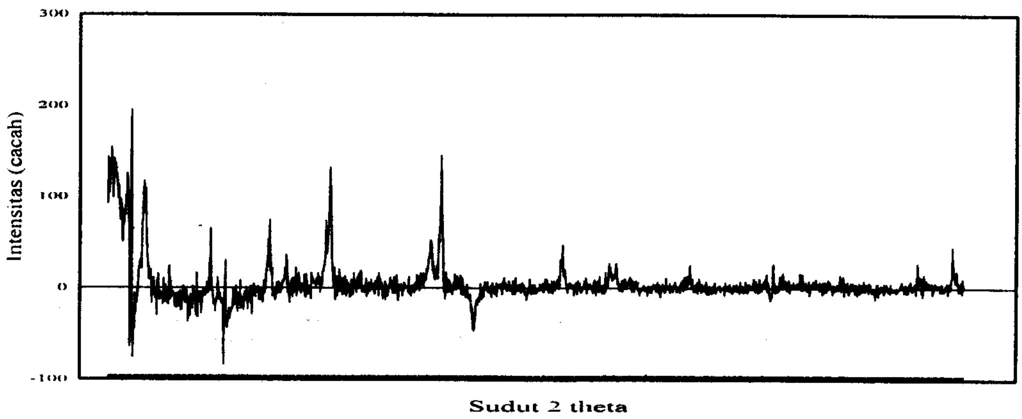
b). Pergeseran titik nol (zero point)
Setelah melakukan proses penghalusan harga titik nol yang didapatkan untuk KDP adalah - 0,2481 (dapat dilihat dalam Lampiran 2 baris 7 kolom 1).

c). Latar Belakang (back ground)
Sesuai rumus (8), latar belakang untuk KDP adalah sebagai berikut :
B_o = -8,14,712 ; B1 = 19,4530 ; B2 = - 0,239618
B_3 = 0,001471419 ; B_4 = -0,0000347312 ; B_{-1} = 15465,1 (sesuai Gambar 4) Sehingga fungsi latar belakang (y_{ib}) terhadap sudut 20 untuk KDP adalah :

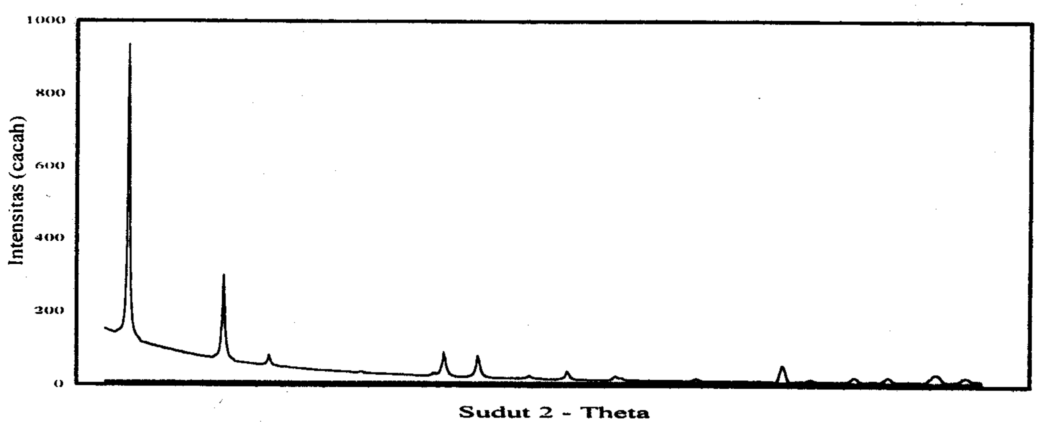
$$y_{ib} = -814,712 + 19,4530(2\theta) - 0,239618\,(2\theta)^2 + 0,001471419\,(20)^3 - 0,00000347312\,(2\theta)^4 + 15465,1\,(2\theta)^{-1}$$



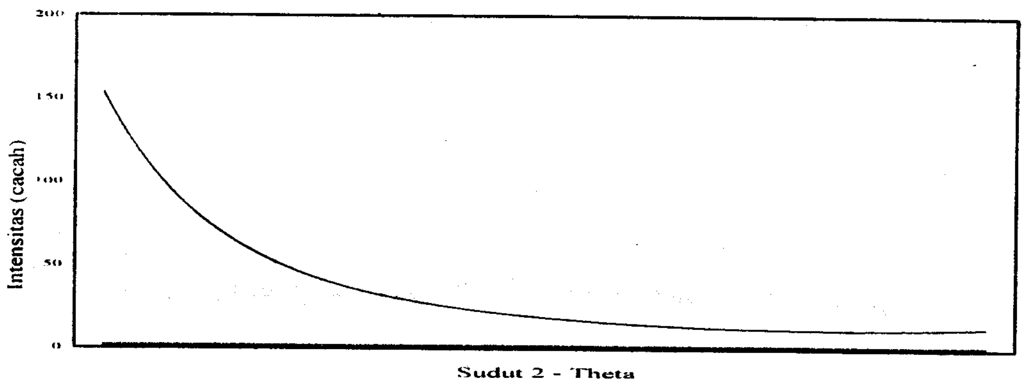
Gambar 1. Kurva Eksperimen Material KDP dari XRD.



Gambar 2. Kurva Kalkulasi (teoritis) program Rietveld : Kode pkdprox1.dat



Gambar 3. Kurva Selisih Intensitas Antara Data Kurva Eksperimen dengan Kurva Teoritis dari Material KDP



Gambar 4. Kurva Kalkulasi sudut dari Fungsi Latar Belakang KDP

Tabel 1. Hasil Olahan Data dari Program Rietveld dengan Kode OUTKDPR1.LOG dari KDPROX1.inp.

CYCLE NUMBER = 1		
RP = 24,24	RWP = 30,36	GOF = 4.33
CYCLE NUMBER = 2		
RP = 30,16	RWP = 37,07	GOF = 6.46
CYCLE NUMBER = 3		
RP = 26,69	RWP = 33,25	GOF = 5.20
CYCLE NUMBER = 4		
RP = 23,30	RWP = 28,61	GOF = 3.85
CYCLE NUMBER = 5		
RP = 24,03	RWP = 29,07	GOF = 3.97
CYCLE NUMBER = 6		
RP = 21,59	RWP = 26,41	GOF = 3.28
CYCLE NUMBER = 7		
RP = 20,24	RWP = 24,93	GOF = 2.92
CYCLE NUMBER = 8		
RP = 19,98	RWP = 24,46	GOF = 2.81
BRAAG R-FACTOR =	7.12	

d). Bentuk puncak (U, V, W)

Sesuai rumur (9) maka bentuk puncak untuk KDP didapatkan nilai sebagai berikut : U = 0,69874 ; v = - 053491 ; w = 0,12992 (sesuai dengan 2 baris 30), maka fungsi FWHM untuk KDP adalah : $H^2 = 0{,}69874\ tg^2\ \theta - 0{,}53491\ tg\theta + 0{,}122992$.

e). Faktor suhu (M)

Sesuai rumus (10) dan (11), nilai faktor suhu untuk KDP sebesar : 2,23115 (sesuai Lampiran 2, baris 29, kolom 2).

f). Orientasi yang disukai (Preffered Orientation)

Sesuai rumus (12), (13) (14) dan berdasarkan Gambar 1 dan Gambar 2 maka terlihat bahwa intensitas yang paling tinggi untuk KDP adalah refleksi dari bidang (020) (indeks Miller ; h = 0; k = 2; 1 = 0). Pada posisi sudut $[2\theta] = 27{,}8°$ dengan nilai derajat orietasi (r) = 0,75525 (r < 1) dapat dilihat dalam Lampiran 2 baris 31 kolam 1.

KESIMPULAN DAN SARAN

1. Harga faktor skala untuk KDP sebesar 0,1530063
2. Nilai pergeseran titik nol (zero point) KDP adalah -0,2481
3. Fungsi latar belakang (y_{ib}) KDP adalah
   $$yib = -814{,}712 + 19{,}4530\ (20) - 0{,}239618\ (2\theta)^2 + 0{,}00147149\ (2\theta)^3 - 0{,}00000347312\ (2\theta)^4 + 15465{,}1\ (2\theta)^{-1}$$
4. Fungsi FWHM (H2) KDP adalah $H^2 = 0{,}69874\ tg^2\theta - 0{,}53491\ tg\theta + 0{,}12992$.
5. Nilai faktor suhu KDP sebesar 2,23115
6. Orientasi yang disukai KDP terjadi pada bidang [020] dengan nilai derajat orientasi (r) = 0,75525 (r < 1).
7. Nilai faktor R_{Bragg} (R_B) KDP = 7,12 % (< 10%) berarti program Rietveld untuk membentuk kurva kalkulasi cukup mendekati kurva eksperimen.
8. Untuk memperkecil nilai faktor R_{Bragg}, disarankan untuk memperhalus faktor termal, posisi atom, konstanta kisi KDP dan lain-lain.
9. Dari data yang diperoleh dari penelitian ini bisa menganalisis indikator R lebih jauh yakni faktor R puncak (R peak faktor), R harapan (R expected) dan Analisis statistik Durbin - Watson (D) yang telah dikembangkan oleh Flack, Vincent dan Vincent (1980) serta Hill dan Madsen (1986).
10. Program Rietveld bukanlah suatu program untuk mencari konstanta kisi, tetapi dapat dipergunakan untuk mencari harga konstanta kisi suatu material yang lebih tepat dari pada harga konstanta kisi mula-mula dari material tersebut.

DAFTAR PUSTAKA

Anonym, 1970. Powder Diffraction File (PDF), Set 1-5 (Revised.

Cullity, B.D. 1978. Elemen of X - Ray Diffraction. Addison Wesley Pusblishing Company, Second Editon

Desmirta. 1996. Analisis Lapisan Tipis Titanium dan Titanium Nitrida dengan Program Rietveld. Jurusan Fisika FMIPA UI. Jakarta.

Dollase, W.A. 1986. Correction of Intensities for Preferred Orientation in Powder Diffractometry : Application of the March Model, J. App., Cyrt, 19 : 262 - 272.

Hill, R.J. and C. J. Howard. 1986. A Computer Program for Neutron Diffraction Pattern. Australian Atomic Energy Commision Research Establishment, New South Wales, Australia.

Li, D.Y, Jason Li and B.H.O. Connor. 1991. Program PCRTVW - PC Version oaf Rietveld Program LHPM 10 and Associated Program WEIGHT, Australian X - ray Analytical Association, p : 19 - 29.

Lines, M.E and A.M. Glass. 1997. Principles and Application of Ferroelectrics and Related Materials, Clarendon Press, Oxford.

Rietveld, H.M. 1967. Acta Crystallogr., 22.

Willes, D.B and R.A. Young. 1981. Journal App. Crystallogr., 14, p : 149 - 151.

Young, R.A. 1993. The Rietveld Method. International Union of Crystallgraphy, Oxford University Press.