

## ANALISIS TEKSTUR TEMBAGA DENGAN TEKNIK DIFRAKSI NEUTRON

Tri Hardi Priyanto

Pusat Teknologi Bahan Industri Nuklir (PTBIN)-BATAN

Kawasan Puspiptek Serpong, 15314, Tangerang

### ABSTRAK

**ANALISIS TEKSTUR PADA CUPLIKAN TEMBAGA DENGAN TEKNIK DIFRAKSI NEUTRON.** Telah dilakukan analisis tekstur pada cuplikan tembaga dengan menggunakan teknik difraksi neutron. Cuplikan tembaga dibagi menjadi tiga jenis yaitu serbuk bebas (*Cu-freely powder*) yang diperoleh dengan mengikir *Cu rod* untuk mendapatkan ukuran butir  $\leq 100$  mesh, serbuk yang dipadatkan (*Cu-bulk powder*) diperoleh dengan menekan serbuk Cu dan batang (*rod*). Dari hasil analisis struktur kristal diperoleh bahwa telah terjadi *preferred orientation* pada arah tertentu akibat pengerolan. Pada cuplikan *Cu-freely powder* dan *Cu-bulk powder* distribusi kristalit tersusun secara acak dengan intensitas tertinggi pada (111), sedangkan pada *Cu-rod* intensitas tertinggi pada puncak Bragg (220). Dari gambar kutub (*pole figure*) (111), (200) dan (220) ditunjukkan bahwa sumbu kawat (*wire-axis* atau *rod-axis*) dari cuplikan paralel dengan  $\langle 110 \rangle$  dan *fiber textures* teramati sebagai *duplex component* pada arah  $\langle 111 \rangle$  dan  $\langle 100 \rangle$ . Kerapatan distribusi orientasi maksimum sebesar 3,37 m.r.d (*multiple of a random distribution*).

**Kata kunci :** Difraksi neutron, Gambar kutub, *Fiber texture*, Kerapatan distribusi orientasi

### ABSTRACT

**TEXTURE ANALYSIS OF COPPER USING NEUTRON DIFFRACTION TECHNIQUE.** Texture analysis of copper have been performed using neutron diffraction technique. For neutron diffraction experiment, a copper sample are formed into three types, Cu-freely powder with grain size  $\leq 100$  mesh obtained by grinding the Cu-rod sample, Cu-bulk powder which is obtained from pressing the freely powder and a Cu-rod as the original sample. From crystal structure analysis, it is obtained that preferred orientation occur due to rolling. For Cu-freely powder sample and Cu-bulk powder, crystallite distribution are random with highest intensity at (111), whereas Cu-rod highest intensity appears at (220). From pole figures of (111), (200) and (220), it is shown that rod axis of the sample is parallel to  $\langle 110 \rangle$  and fiber textures appear as duplex component at  $\langle 111 \rangle$  and  $\langle 100 \rangle$  directions. Maximum orientation distribution density is 3.37 m.r.d (*multiple of a random distribution*).

**Key words :** Neutron diffraction, Pole figures, Fiber texture, Orientation distribution density

### PENDAHULUAN

Tembaga merupakan salah satu logam yang sangat penting dan banyak dipakai mulai dari industri sederhana sampai industri berteknologi tinggi. Secara fisika, tembaga berwarna coklat kemerahan, lunak (*malleable*) sehingga mudah ditempa, dapat dibentuk (*ductile*) dan merupakan konduktor panas dan listrik yang sangat baik. Paduan tembaga yaitu kuningan (*brass*) dan perunggu (*bronze*) merupakan paduan yang sangat penting.

Banyak penelitian dasar dan terapan telah dilakukan pada tembaga dan paduannya, baik secara mikroskopik atau secara makroskopik. Penelitian tekstur dengan menggunakan cuplikan tembaga telah dilakukan sejak beberapa tahun yang lalu, misalnya pengembangan tekstur pada tembaga dan paduannya [1], karakteristik orientasi pada beberapa keadaan Cu [2]

serta tekstur dan sifat kekerasannya pada kristal tunggal tembaga [3].

Analisis tekstur dengan menggunakan difraksi neutron merupakan salah satu dari metode standar dalam analisis tekstur modern. Pengukuran tekstur dengan neutron mempunyai banyak kemiripan dengan sinar-X, akan tetapi dalam banyak hal neutron lebih unggul dibandingkan dengan sinar-X karena mempunyai kedalaman penetrasi (*penetration depth*) yang jauh lebih besar, juga amplitudo hamburan neutron tidak bergantung pada sudut hamburan dan nomor atom [4].

Penelitian lebih lanjut menggunakan bahan dasar Cu dengan berbagai macam unsur tambahan juga telah dilakukan. Penambahan Nb dilakukan untuk menambah kekuatan bahan yang ekstrem [5]. Bahan komposit lain

dengan bahan dasar Cu yaitu Cu-W, dikenal dengan *WCu gradient material* menarik perhatian untuk diteliti lebih lanjut karena bahan ini merupakan bahan untuk dinding reaktor fusi [6]. Juga telah dilakukan simulasi dan eksperimen *self consistent model* pengembangan tekstur dengan menggunakan komposit dua fasa Cu-Fe [7].

Dalam bidang nanoteknologi penelitian tekstur untuk bahan Cu struktur nano dilakukan untuk mengamati deformasi plastis akibat pengerolan dingin dan *annealing* [8]. Penelitian tekstur dengan berbagai metode telah dilakukan antara lain dengan metode difraksi sinar-X [9] serta kombinasi difraksi sinar-X dan difraksi neutron [10-11]. Pengaruh difraksi serbuk pada metode difraksi neutron terhadap tekstur bahan [12] dan keunggulan difraksi neutron dibandingkan difraksi sinar-X [13] menjadi dasar penelitian ini.

Penelitian ini merupakan penelitian pendahuluan untuk mengkarakterisasi tembaga berbentuk batang (*rod*) dan *bulk* yang berasal dari serbuk yang dipadatkan. Tujuan penelitian ini adalah untuk mengukur tekstur pada bahan tersebut, menentukan sumbu cuplikan dan arah orientasi kristalitnya dari kedua jenis cuplikan. Penelitian dilakukan dengan teknik difraksi neutron menggunakan difraktometer neutron empat lingkaran (*FCD/TD*) BATAN.

## TEORI

### Deformasi Tekstur dalam Bentuk Kawat atau Batang

Kawat atau batang yang diproduksi dengan *drawing*, *swaging*, *rod-rolling*, atau ekstrusi (*constrained tensile deformation*) biasanya membangun *preferred orientation* yang *uniaxial* atau *fibrous*. Satu atau dua arah kristalografi yang spesifik terorientasi sejajar dengan *fiber axis* atau *rod* sedangkan arah kristalografi yang lain didistribusikan lebih atau kurang acak disekitar sumbu tersebut (*fiber texture*). Sering kali *preferred orientation* dapat juga timbul dalam arah radial (*cyclic texture*). Secara umum tekstur lebih *diffuse* dan kompleks pada permukaan bahan dibandingkan pada bagian dalamnya (*interior*). Ini biasanya timbul dari gaya gesek pada permukaan selama operasi pembentukan.

Sifat tekstur secara esensial tergantung pada struktur kristal, bahan dan variabel proses. Dalam logam dengan struktur *face centered cubic (fcc)*, *fiber texture* biasanya terdiri dari komponen *duplex* yakni [111] dan [100]. Jumlah relatif dari dua komponen ini bervariasi dari logam ke logam. Pada logam aluminium, tekstur sebagian besar mengarah pada [111], sedangkan pada perak (*silver*) konsentrasi yang tinggi mengarah pada [100]. Timbal (*lead*) dilaporkan mirip dengan aluminium. Logam *fcc* lain yang umum misalnya Cu, Ni dan Au menghasilkan *duplex* [110] + [100] *fiber textures* dengan berbagai konsentrasi relatif menengah antara Al dan

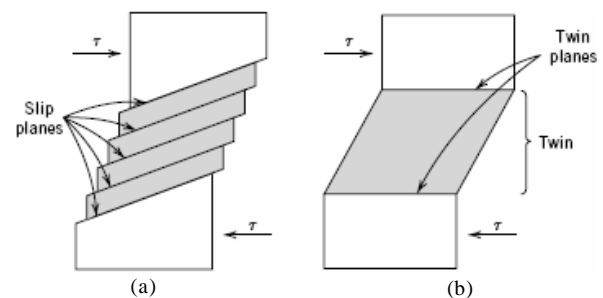
Ag. Dengan kenaikan komponen [100] (atau penurunan [111]), logam-logam ini dapat disusun dalam urutan Al, Au, Ni, Cu dan Ag, yang kira-kira sama dengan urutan turunnya *stacking fault energy*. Karena itu variasi komponen *fiber texture* dalam logam *fcc* dianalisis terkait dengan *stacking fault energy* dari setiap logam [14].

### Reorientasi dalam Plastik Deformasi

Deformasi plastis terjadi dalam kristal-kristal logam oleh *slip* atau *twinning* pada bidang atomik dan dalam arah kristalografi tertentu, sehingga disebut *slip* atau *twinning system*. Gambar 1 menunjukkan *slip* dan *twinning system* pada bahan yang mengalami deformasi plastis.

*Slip system* sangat tergantung pada struktur kristal. Dalam logam *fcc*, *slip system* terjadi pada {111} <110>, sedangkan pada *mechanical twinning system* atau kesalahan deformasi (*deformation faulting*) deformasi plastis terjadi pada {111} <112>. Pada logam *body centered cubic (bcc)* arah *slip* selalu mengarah pada <111>, tetapi bidang *slip* dapat terjadi pada grup bidang {110}, {112} dan mungkin {123}, tergantung pada logam dan suhu deformasi, *twinning* terjadi pada {112} <111>. Dalam logam *hexagonal closed packed (hcp)*, *slip* yang paling umum terjadi pada {0001} <1120> dan *twinning system* terjadi pada {1012} <1011>. Bidang *slip* dan *twinning system* yang lain dapat juga berlaku, tergantung pada rasio *c/a* dan faktor lain [4, 15].

Mekanisme deformasi dalam logam non-kubus biasanya lebih rumit, karena simetri kristal yang rendah. Walaupun *mechanical twinning* menginduksi satu perubahan yang kasar dalam orientasi dari *twinned material*, *plastic strain* yang besar biasanya diperoleh dengan *slip*. Selama proses *slip*, kisi kristal juga berotasi sehingga arah *slip* aktif (*active slip direction*) dalam tegangan *uniaxial*, atau *slip-plane normal* dalam kompresi *uniaxial* bergerak menuju pengaturan sesuai arah stres yang digunakan (*applied stress*) [16]. Sebagai akibatnya, orientasi kristal berubah selama deformasi. Dalam bahan polikristalin, meskipun *grain* pada mulanya terorientasi secara acak, setelah deformasi sebagian besar *grain* diatur kembali (*realigned*) ke arah orientasi yang disukai (*preferred orientation*) [17].



Gambar 1. Deformasi yang terjadi pada kristal tunggal karena perlakuan *shear stress*  $\tau$  (a) deformasi oleh *slip* (b) deformasi oleh *twinning* [16]

## METODE PERCOBAAN

Pada penelitian ini digunakan tiga macam bentuk Cu. Cuplikan pertama berbentuk silinder (*rod*) berdiameter 10 mm dan panjang 13 mm, cuplikan ke dua berbentuk serbuk yang dipadatkan menjadi bentuk silinder (*bulk powder*) dengan diameter yang sama dengan cuplikan pertama. Cuplikan ketiga adalah cuplikan serbuk yang diperoleh dari pengayakan hingga diperoleh ukuran butiran kira-kira 100 *mesh* yang disebut dengan cuplikan serbuk bebas (*freely powder*). Cuplikan serbuk bebas dimasukkan dalam wadah vanadium yang berdiameter 5 mm dan panjang 70 mm.

Percobaan tekstur dilakukan menggunakan *Four-Circle Diffractometer/Texture Diffractometer (FCD/TD)* dengan monokromator Si (311) yang diset pada panjang gelombang neutron ( $\lambda_n$ ) = 1,2894Å. Cuplikan diletakkan pada *goniometer* yang dipasang di atas *euler cradle*. Data difraksi neutron diperoleh dengan menggunakan *scan*  $\theta$ - $2\theta$  pada jangkauan sudut difraksi  $30^\circ \leq 2\theta_s \leq 80^\circ$ .

Untuk mengamati adanya pengaruh *preferred orientation (texture)* pada cuplikan Cu-rod, dilakukan eksperimen dengan cuplikan yang sama berbentuk serbuk bebas (*freely powder*) dengan ukuran 100 *mesh* dan serbuk yang dipadatkan (*bulk powder*). Ukuran *slit* BN1 = 10 mm x 10 mm, BN2 = 20 mm x 20 mm, sedangkan untuk cuplikan berbentuk serbuk ukuran *slit* BN1 = 30 mm x 15 mm, BN2 = 30 mm x 30 mm. Data tekstur diambil pada interval sudut  $0^\circ \leq \phi \leq 360^\circ$  dan  $0^\circ \leq \chi \leq 90^\circ$ . Data cacahan neutron dikumpulkan dengan menggunakan perangkat lunak C dengan sistem kontrol menggunakan DT51. Data tersebut kemudian dianalisis dengan menggunakan perangkat lunak MAUD [17].

## HASIL DAN PEMBAHASAN

### Analisis Pola Difraksi Neutron

Pola difraksi neutron untuk ketiga bentuk polikristal ditunjukkan pada Gambar 2. Gambar 2(a) menunjukkan pola difraksi neutron untuk cuplikan

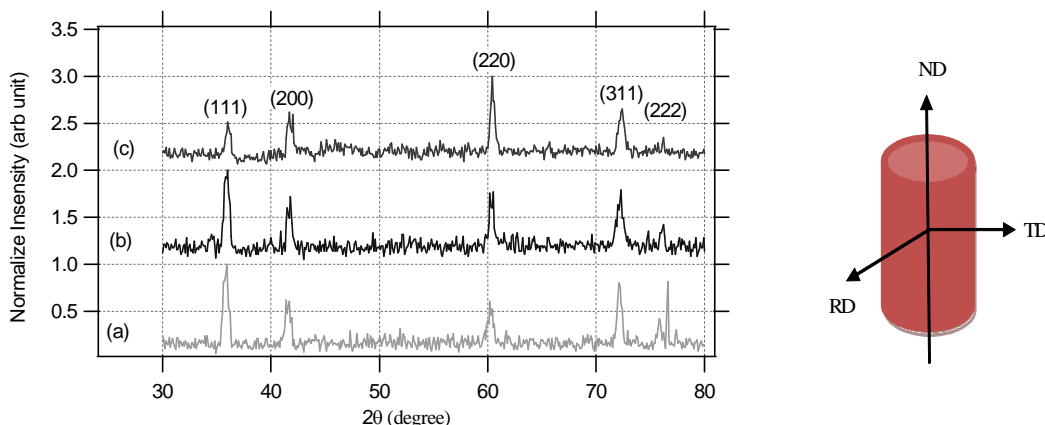
**Tabel 1.** Rasio intensitas ternormalisasi untuk cuplikan Cu berbentuk serbuk (*freely powder*), serbuk yang dipadatkan (*bulk powder*) dan batang (*rod*).

(hkl)	<i>Freely powder</i> (I/I <sub>o</sub> )	<i>Bulk powder</i> (I/I <sub>o</sub> )	<i>Rod</i> (I/I <sub>o</sub> )
(111)	<b>1,00</b>	<b>1,00</b>	0,51
(200)	0,61	0,72	0,62
(220)	0,60	0,77	<b>1,00</b>
(311)	0,80	0,79	0,65
(222)	0,30	0,28	0,20

berbentuk serbuk bebas (*freely powder*). Cuplikan ini sama sekali tidak memiliki arah orientasi kristalit tertentu. Puncak Bragg (111), (200), (220) dan (311) dapat diamati dengan jelas. Gambar 2(b) menunjukkan pola difraksi neutron untuk cuplikan serbuk yang dipadatkan (*bulk powder*). Terlihat bahwa cuplikan tersebut mempunyai arah orientasi yang lemah (*weak preferred orientation*). Dibandingkan dengan cuplikan pertama, pada cuplikan kedua butir-butir kristalit sedikit mengarah kearah (200) yang terlihat dari rasio intensitas puncak difraksi untuk bidang (200) seperti ditampilkan pada Tabel 1.

Gambar 2(c) menunjukkan pola difraksi untuk cuplikan Cu berbentuk batang (*rod*). Pada cuplikan ini butir-butir kristalit terorientasi pada arah  $\langle 220 \rangle$ . Dibandingkan dengan serbuk yang dipadatkan, cuplikan serbuk bebas (*freely powder*) mempunyai intensitas tertinggi pada puncak (111). Akan tetapi dibandingkan dengan cuplikan ketiga, intensitas puncak (111) turun sekitar 50% dan intensitas (220) meningkat menjadi 100% sedangkan pada *bulk powder* intensitas hanya 72%. Puncak Bragg (111) pada cuplikan ketiga mempunyai intensitas terendah dan bidang (220) mempunyai intensitas tertinggi. Dengan demikian dalam sistem koordinat cuplikan  $K_A=(X,Y,Z)$  sumbu cuplikan yang sejajar dengan arah normal (ND) sejajar dengan arah  $\langle 110 \rangle$ .

Hasil *refinement* pola difraksi cuplikan berbentuk *rod* ditunjukkan pada Gambar 3. Gambar 3(a) menunjukkan hasil *refinement* pola difraksi tanpa



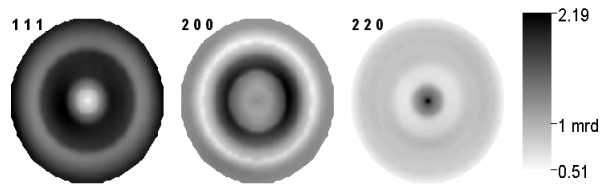
**Gambar 2.** Pola difraksi neutron untuk cuplikan berbentuk (a) serbuk (*freely powder*), (b) serbuk yang dipadatkan berbentuk silinder (*bulk powder*) dan (c) berbentuk silinder (*rod*). (d) *Setting* cuplikan

*Analisis Tekstur Tembaga dengan Teknik Difraksi Neutron (Tri Hardi Priyanto)*

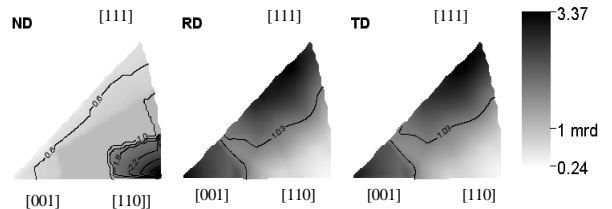
memasukkan efek tekstur, sedangkan Gambar 3(b) adalah *refinement* pola difraksi dengan memasukkan efek tekstur. Dengan memasukkan efek tekstur pada pola difraksi neutron, hasil *refinement* pada puncak (200) dan (220) meningkat. Hal ini menunjukkan bahwa butir-butir kristalit terorientasi pada kedua arah tersebut, tapi memiliki kecenderungan secara dominan mengarah pada bidang (220). *Refinement* data dilakukan dengan menggunakan metode *E-WIMV*[17]. *Goodness of fit* ( $\chi^2$ ) dan reliabilitas hasil *refinement* ( $R_w$ ,  $R_{wp}$ ,  $R_p$  dan  $R_{exp}$ ) diberikan pada Tabel 2.

**Analisis Tekstur dengan MAUD**

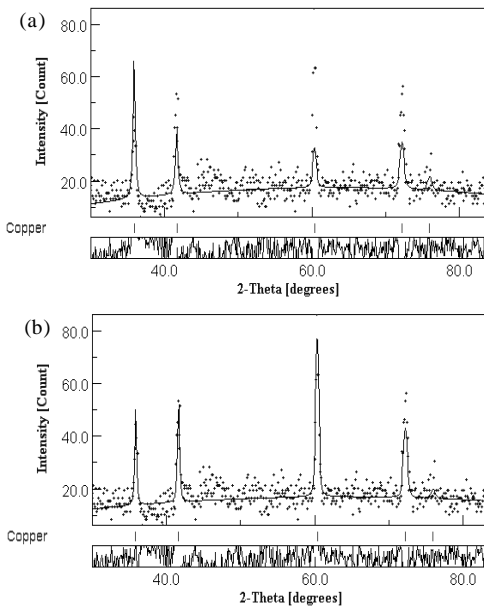
Cuplikan Cu mempunyai struktur kristal *fcc* dalam grup ruang *Fm-3m*, parameter kisi  $a=3,6345 \text{ \AA}$ . Dalam analisis tekstur, lima refleksi Bragg (111), (200), (220), (311) dan (222) dapat dianalisis dengan mempertimbangkan tiga gambar kutub. Dalam eksperimen ini dipilih puncak Bragg (111), (200) dan (220). Gambar kutub rekonstruksi ditunjukkan pada Gambar 4.



**Gambar 4.** Gambar kutub rekonstruksi untuk logam tembaga dalam bentuk batang



**Gambar 5.** Gambar kutub invers untuk cuplikan tembaga



**Gambar 3.** Hasil *refinement* pola difraksi neutron untuk puncak Bragg (111), (200), (220) dan (311) menggunakan *MAUD*. (a) *Refinement* pola difraksi tanpa memasukkan efek tekstur. (b) *Refinement* dengan memasukkan efek tekstur dilakukan menggunakan metode *E-WIMV*

**Tabel 2.** *Goodness of fit* ( $\chi^2$ ), faktor reliabilitas pola ( $R_p$ ), faktor reliabilitas profil terbobot ( $R_{wp}$ ) dan realibilitas yang diharapkan ( $R_{exp}$ ).

$\chi^2$	$R_{wp}$	$R_p$	$R_{exp}$	Keterangan
1,1058	25,7775	20,2894	23,3117	Analisis tanpa efek tekstur
0,9562	22,2919	17,5244	23,3117	Analisis dengan efek tekstur

Fungsi distribusi orientasi (*ODF*) dihitung dengan menggunakan tiga gambar kutub tersebut menggunakan perangkat lunak *MAUD* [17]. Dari gambar kutub rekonstruksi terlihat arah kristalografi diorientasikan sejajar dengan sumbu *rod* (*wire axis*) berada pada arah  $\langle 110 \rangle$ , sedangkan arah *fiber texture* berada disekitar sumbu ini yaitu pada arah  $\langle 111 \rangle$  dan  $\langle 100 \rangle$ . Hal tersebut juga dapat ditunjukkan dengan menggunakan gambar kutub invers pada Gambar 5.

Fungsi distribusi orientasi  $f(g)$  merepresentasikan kerapatan volume dari kristalit yang terorientasi ( $dg$ ) yang diukur dalam satuan *m.r.d* (*multiple of a random distribution*). Normalisasi nilai  $f(g)=1 \text{ m.r.d}$  adalah untuk cuplikan tanpa *preferred orientation*. Nilai ini disebut kerapatan distribusi orientasi, dan nilai  $f(g)$  mempunyai nilai dari 0 (tanpa orientasi kristalit dalam  $dg$  disekitar  $g$ ) ke tak berhingga.

**KESIMPULAN**

Dari hasil eksperimen difraksi neutron pada batang tembaga secara kualitatif dapat diamati adanya *preferred orientation (texture)* pada bahan tersebut. Hal ini terlihat dari perbedaan pola difraksi antara Cu serbuk (*freely powder* dan *bulk powder*) dengan Cu batang. Dari pola difraksi neutron teramati telah terjadi orientasi kristalit pada  $\langle 100 \rangle$  dan  $\langle 110 \rangle$ . Tekstur terjadi karena proses pengerolan. Akibat dari pengerolan itu telah terjadi deformasi plastis yang secara kuantitatif diukur dengan eksperimen tekstur yang direpresentasikan dengan gambar kutub. Dengan perangkat lunak *MAUD* dan dengan menggunakan metode analisis tekstur *E-WIMV* diperoleh gambar kutub berdasarkan fungsi distribusi orientasi. Dari gambar kutub disimpulkan bahwa sampel batang tembaga memiliki *fiber axis* searah  $\langle 111 \rangle$  dan *fiber texture* searah dengan  $\langle 111 \rangle$  dan  $\langle 100 \rangle$ , dengan kerapatan distribusi orientasi maksimum sebesar  $3,37 \text{ m.r.d}$ .

## DAFTAR ACUAN

- [1]. J.S. KALLEND and G.J.DAVIES, *Texture*, **1** (1972) 51-69
- [2]. K.SZTWIERTNIA and F. HAESSNER, *Texture and Microstructures*, **14-18** (1991) 641-646
- [3]. A. BORBELY, L.S. TOTH and B. BOLLE, **31** (1998) 1-19
- [4]. H.-G. BROKMEIER, *Texture and Microstructures*, **33** (1999) 13-33.
- [5]. E.N. POPOVA, V.V. POPOV, L.A. RODIONOVA, S.V. SUDAREVA, E.P. ROMANOV, A.E. VOROBYOVA, N.E. HLEBOVA, V.I. PANTSYRNYI and A.K. SHIKOV, *Texture and Microstructures*, **34** (2000) 263-277
- [6]. G. BOKUCHAVA, N. SHAMSUTDINOV, J. J. SCHREIBER and M. STALDER, *Texture and Microstructures*, **33** (1999) 207-217
- [7]. R.E. BOLMARO, A. FOURTY and H.G. BROKMEIER, *Texture and Microstructures*, **33** (1999) 125-137
- [8]. I.V. ALEXANDROV, V.N. SEREBRYANY, L.N. SARVAROVA, M.V. ALEXANDROVA and R.Z. VALIEV, *Texture and Microstructures*, **32** (1999) 321-339
- [9]. Y.S. LIU, L. DEPRE, L. DE BUYSER, T.B. WU and P. VAN HOUTE, *Texture and Microstructures*, **35** (2001) 283-290
- [10]. DANIEL CHATEIGNER, *Combined Analysis: Structure-Texture-Microstructure-Phase-Stresses-Reflectivity Determination by X-Ray and Neutron Diffraction*, (2007) 55-71
- [11]. H. SIEMES, C.A. ROSIERE, P. HACKPACHER, W. SCHAFER and E. JANSEN, *Texture and Microstructures*, **34** (1999) 55-62
- [12]. H.J. BUNGE, *Texture and Microstructures*, **29** (1997) 1-26
- [13]. H.J. BUNGE, *Texture and Microstructures*, **10** (1989) 265-307
- [14]. A. TAYLOR, *X-ray Metallography*, John Wiley and Sons, Inc., (1961)
- [15]. HSUN HU, *Texture*, **1** (1974) 233-258
- [16]. WILLIAM D. CALLISTER, JR., *Materials Science and Engineering an Introduction*, 6<sup>th</sup> Edition, (2003) W-7
- [17]. LUCA LUTTEROTI, *Computing ODF From Traditional Pole Figures Using WIMV*, (2000)