

Analisis koreksi *pole figure* pada plat paduan aluminum AA3104 akibat efek defocusing

Tri Hardi Priyanto¹ dan Bharoto¹

¹*Bidang Spektrometri Neutron, Pusat Teknologi Bahan Industri Nuklir (PTBIN), BATAN
Kawasan Puspiptek Serpong, Tangerang, 15314, Banten*

ABSTRAK

ANALISIS KOREKSI POLE FIGURE PADA PLAT PADUAN ALUMINUM AA3104 AKIBAT EFEK DEFOKUSING. Dalam eksperimen tekstur bahan dengan metode difraksi neutron atau difraksi sinar-x efek defocusing merupakan salah satu faktor yang mempengaruhi hasil analisis. Untuk mendapatkan faktor koreksi tersebut digunakan cuplikan yang tidak mempunyai orientasi kristalit pada arah tertentu (cuplikan non tekstur). Dalam analisis tekstur kuantitatif (QTA), ukuran yang paling sering digunakan untuk mengkuantifikasi kekuatan tekstur adalah indeks tekstur (F^2), dengan kata lain merupakan besaran yang menunjukkan tingkat *preferred orientation (texture)*. Dengan menggunakan cuplikan aluminum pelet yang dibuat dari aluminum serbuk yang ditekan sampai 6000psi diperoleh cuplikan non-tekstur. Cuplikan Al6000psi berdiameter 15 mm dan tebal 10 mm. *Pole figure* diperoleh dari paduan aluminum AA3104 berdimensi 52 x 22 x 2,45 mm³ untuk puncak Bragg (111), (200), (220). Selanjutnya data tekstur dianalisis dengan perangkat lunak MAUD (*Materials Analysis Using Diffraction*) dengan metode WIMV (Williams - Imhoff- Matthies -Vinell). Metode ini dipakai untuk menghitung indeks tekstur (F^2). Dari hasil analisis menggunakan resolusi sebesar 5⁰ indeks tekstur meningkat dari 1,65 menjadi 5,96. sebelum dilakukan proses *refinement*.

Kata kunci: Efek defocusing, indeks tekstur, difraksi neutron

ABSTRACT

POLE FIGURE ANALYSIS CORRECTION ON AA3104 ALUMINUM ALLOY DUE TO DEFOCUSING EFFECT. In the experimental textures of materials by the method of neutron diffraction and x-ray diffraction, defocusing effect is one of factors that influence to outcome analysts. To obtain the correction factor is used sample that did not have the orientation of crystallites in a particular direction (non-textured samples). In quantitative texture the most commonly used to quantify the strength of the texture is the texture index (F^2), in other words is a quantity that indicates the level of preferred orientation (texture). Aluminum pellet sample is made of aluminum powder which is pressed to 6000 psi to obtain sample of non-textured. The Al6000psi sample has diameter 15 mm and thickness 10 mm. Pole figures (111), (200), (220) obtained from an aluminum alloy AA3104 with dimension 52 mm x 22 mm x 2,45 mm. Furthermore, the data were analyzed with MAUD software with WIMV method. This method issued to calculate the texture index (F^2). From the analysis using texture resolution of 5⁰ texture index increased from 1.65 to 5.96 prior to the refinement process.

Keywords : Defocusing effect, texture index, neutron diffraction

1. PENDAHULUAN

Penelitian tekstur merupakan salah satu topik penelitian yang menarik dengan teknik difraksi neutron selain penelitian struktur bahan dan tegangan sisa. Penelitian tekstur terkait erat dengan industri namun masih sangat jarang industri di Indonesia memanfaatkan penelitian tersebut. Salah satu manfaat penelitian tekstur bagi industri misalnya pada industri minuman kaleng dan pengepakan

makanan dengan menggunakan aluminum foil. Dalam penelitian tekstur efek defocusing mengakibatkan ketidakakuratan analisis data sehingga perlu dilakukan koreksi intensitas. Secara matematik koreksi tersebut menggunakan fungsi eksponensial [1][2] untuk koreksi volume pada film tipis [3], pengerjaan dingin (*cold worked*) dan *anneal* pada bahan[4], dan koreksi defocusing pada *pole figure*X-ray dengan menggunakan *pole figure* pengukuran neutron [5].

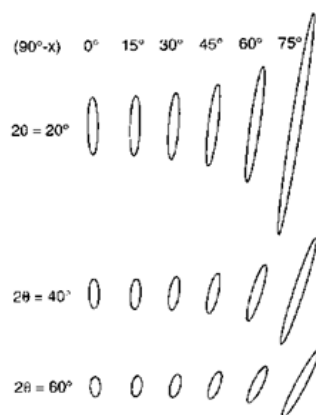
Untuk mendapatkan faktor koreksi tersebut digunakan cuplikan yang tidak mempunyai orientasi kristalit pada arah tertentu (cuplikan non tekstur). Dalam analisis tekstur kuantitatif (QTA), ukuran yang paling sering digunakan untuk mengkuantifikasi kekuatan tekstur adalah indeks tekstur (F) [6], [7], dengan kata lain merupakan besaran yang menunjukkan tingkat *preferred orientation* (*texture*) dimana sifat makroskopik dari material anisotropik bergantung.

Penelitian bertujuan untuk mengetahui efek defocusing pada cuplikan paduan aluminium. Cuplikan yang digunakan adalah plat paduan aluminium AA 3104. Penelitian dilakukan di Bidang Spektrometri Neutron. Pusat Teknologi Bahan Industri Nuklir.

2. TEORI

2.1 Efek defocusing

Dalam eksperimen tekstur bahan dengan metode difraksi neutron atau difraksi sinar-x, efek defocusing merupakan salah satu faktor yang mempengaruhi interpretasi dalam analisis data. Adanya efek defocusing menyebabkan turunnya intensitas neutron akibat perubahan kemiringan sudut *tilt* (α) pada sudut difraksi $q-2q$ tertentu. Ada dua faktor yang berperan untuk fenomena defocusing, pertama apabila sumbu kemiringan tidak pada permukaan bidang cuplikan; kedua, sumbu kemiringan tidak pada bidang difraksi. Kedua faktor tersebut menghasilkan pergeseran intensitas puncak sehingga menjadi lebih rendah pada sudut difraksi ($2q$) yang lebih tinggi apabila cuplikan dimiringkan ke sudut *tilt* (α) yang lebih besar. Gambar 1 menunjukkan perubahan bentuk dan orientasi dari spot untuk perubahan sudut difraksi 2θ dan sudut tilt α . Catatan sudut tilt α sering juga diberi notasi χ .



Gambar 1. Perubahan bentuk dan orientasi dari spot untuk perubahan sudut difraksi 2θ dan sudut tilt α . Catatan sudut tilt α sering juga diberi notasi χ

Lazimnya *pole figure* untuk bahan-bahan lembaran (sheet materials) dapat diperoleh dari pengukuran difraktometer menggunakan teknik refleksi Shultz.

Secara umum fungsi kurva untuk koreksi defocusing dinyatakan sebagai fungsi eksponensial [1]

$$f(\alpha) = 1 + k(1 - \exp(c\alpha)) \quad (1)$$

Dimana $f(\alpha)$ adalah fungsi koreksi defocusing pada sudut tilt α , dan k dan c adalah koefisien yang berkaitan dengan sudut difraksi. Selanjutnya untuk intensitas difraksi karena koreksi volume yang disebabkan oleh defocusing, pers (1) dapat disederhanakan menjadi :

$$I_{\alpha \neq 0} = 1 - \exp(-2\mu * t / (\sin\theta \cos\alpha)) \quad (2)$$

Untuk posisi fokus, dimana sudut tilt $\alpha = 0$ maka

persamaan (2) dapat dituliskan sebagai

$$I_{\alpha=0} = 1 - \exp(-2\mu * t / \sin\theta) \quad (3)$$

Selanjutnya, faktor koreksi volume teradiasi merupakan rasio antara intensitas defokus ($\alpha \neq 0$) terhadap intensitas fokus ($\alpha = 0$) dinyatakan sebagai

$$C_v = \frac{I_{\alpha \neq 0}}{I_{\alpha=0}} = \frac{1 - \exp(-2\mu * t / (\sin\theta \cos\alpha))}{1 - \exp(-2\mu * t / \sin\theta)} \quad (4)$$

dimana μ^* adalah koefisien absorpsi linier bahan, t tebal bahan dan θ adalah sudut bragg dari bidang difraksi. Persamaan (4) menunjukkan iluminasi variasi intensitas difraksi pada posisi defokus terhadap posisi fokus yang disebabkan oleh perubahan volume pada penetrasi neutron di dalam bahan. Dengan menormalisasi intensitas neutron pada posisi fokus ($I_{\alpha=0} = 1$) Intenas koreksi eksperimental dinyatakan sebagai

$$I_{cor} = \frac{I_{raw}}{C_v} \quad (5)$$

2.2 Persamaan dasar analisis tekstur

Penentuan secara kuantitatif tekstur didasarkan pada kon-

sep fungsi distribusi orientasi (ODF), $f(g)$, yang mere-

presentasikan distribusi statistik dari orientasi kristalit dalam agregate polikristaline

$$\frac{dV(g)}{V} = \frac{1}{8\pi^2} f(g) dg \quad (6)$$

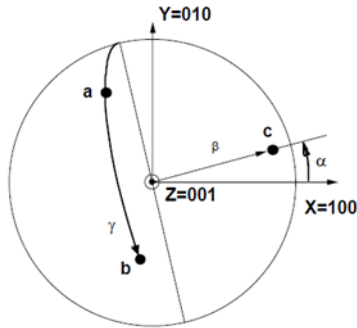
dimana $dg = \sin\beta d\beta d\alpha dy$ elemen orientasi yang

dinyatakan oleh tiga sudut euler $g = (\alpha, \beta, \gamma)$ dalam

ruang orientasi (ruang Λ), yang memberikan sistem koordinat kristal yang diberikan, K_B , ko-linier dengan sistem koordinat cuplikan $K_A = (X, Y, Z)$ atau (100, 010, 001). Ruang Λ dapat direkonstruksi dari grup ruang, dengan memperhatikan operator simetri rotasi dan pusat inversi. Dua sudut pertama yaitu α dan β secara umum menentukan arah orientasi kristalit [001]* dalam K_A , masing-masing disebut *azimuth* dan (*co-latitude*) atau jarak *pole*.

Sudut yang ke tiga, γ , menyatakan lokasi arah kristalografi yang lain, dipilih sebagai $[010]^*$ (dalam bidang ab atau ortogonal sel kristal). V adalah volume teriradiasi dari cup -

Likan, dan $dV(g)$ adalah volume kristalit yang orientasi - nya antara g dan $g + dg$



Gambar 2. Definisi tiga sudut Euler yang menyatakan posisi sistem koordinat kristalit $K_B=(a,b,c)$ dari sel kristal yang ortogonal dalam sistem koordinat cuplikan $K_A=(X, Y, Z)$. Catatan **100, 010, 001** bukan indeks Miller, tetapi vektor yang mengacu untuk sebuah kerangka ortonormal yang yang di align dengan K_A .

Representasi yang paling umum untuk menyatakan cuplikan yang di roll dengan bidang spesifik (hkl) yang sejajar dengan bidang rolling (RD, TD) dan dalam arah spesifik $[UVW]$ searah dengan RD dinyatakan sebagai

$$g = (hkl)[UVW] \quad (7)$$

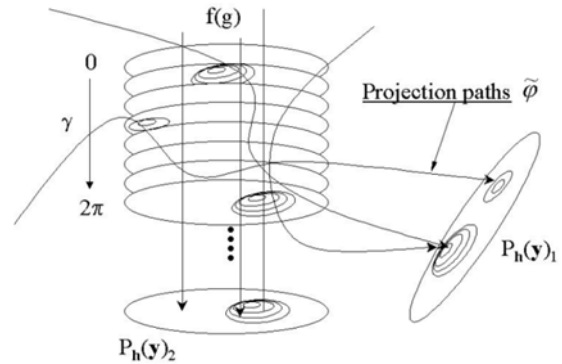
Meskipun satu *pole figure* hanya menyatakan ukuran distribusi dari satu arah $\langle(hkl)\rangle^*$. Setiap rotasi di sekitar arah ini oleh sudut ϕ menghasilkan intensitas difraksi yang sama.

$$P_h(y) = \frac{1}{2\pi} \int_{h/y} f(g) d\tilde{\phi} \quad (8)$$

Persamaan ini merepresentasikan bahwa setiap *pole figure*

(obyek 2D) adalah proyeksi sepanjang lintasan tertentu $\tilde{\phi}$

dari fungsi distribusi orientasi (ODF) (obyek 3D), yang bergantung pada simetri kristal. Setiap sel dari *pole figure* yang diberikan kemudian akan dirata-ratakan meliputi beberapa sel dari fungsi distribusi orientasi, dan setiap sel dari fungsi distribusi orientasi akan diukur oleh satu atau lebih *pole figure*. Jumlah *pole figure* yang lebih besar adalah ukuran fungsi distribusi orientasi yang spesifik dan secara statistik merupakan ukuran fungsi distribusi orientasi.



Gambar 3. Hubungan antara obyek 3D $f(g)$ dan *pole figure* $P_h(y)$. Untuk setiap sel *pole figure* berhubungan dengan beberapa kotak ODF, dan setiap sel *pole figure* terkait dengan beberapa sel *pole figure*.

2.3 Faktor kekuatan tekstur

Apabila $f(g)$ yang memuaskan telah tercapai, maka dapat dihitung faktor yang memberikan satu estimasi kekuatan tekstur. Yang harus diperhatikan saat membandingkan cuplikan yang berdasarkan pada kekuatan tekstur secara keseluruhan adalah cuplikan harus memiliki simetri kristal yang sama dan menunjukkan komponen tekstur yang sejenis.

2.3.1 Indeks tekstur ODF

Parameter kekuatan tekstur disebut indeks tekstur diekspresikan dalam satuan $m.r.d^2$, dinyatakan dalam persamaan

$$F^2 = \frac{1}{8\pi^2} \sum_i [f(g)]^2 \Delta g_i \quad (9)$$

dengan $\Delta g_i = \sin \beta_i \Delta \beta \Delta \alpha \Delta \gamma$ adalah volume sel distribusi orientasi.

Indeks tekstur bervariasi dari 1 (serbuk, acak) sampai tak terhingga (kristal tunggal). Hal ini merepresentasikan nilai kwadrat rata-rata dari ODF

2.3.2 Indeks tekstur pole figure

Untuk membandingkan kekuatan tekstur dari cuplikan yang berbeda, indeks tekstur yang diasosiasikan dengan *pole figure* dapat digunakan. Ia dihitung mirip dengan indeks tekstur ODF.

$$J_h^2 = \frac{1}{4\pi} \sum_i [P_h(y_i)]^2 \Delta y_i \quad (10)$$

dengan $\Delta y = \sin \vartheta_y \Delta \vartheta_y \Delta \phi_y$

2.4 Metode WIMV (Williams-Inhof-Matthies-Vinel)

Pendekatan WIMV untuk merefine data distribusi orientasi (OD) dilakukan dengan cara iterative yang menjamin kondisi koreksi *ghost*. Hal ini didasarkan pada *refinement*

dari fungsi distribusi orientasi, $f(g)$, pada langkah ke $(n+1)$.

$$f^{(n+1)}(g) = N_n \frac{f^n(g)f^o(g)}{\left(\prod_{h=1}^l \prod_{m=1}^{M_h} P_h^n(y)\right)^{\frac{1}{M_h}}} \quad (11)$$

dimana perkalian yang meliputi I secara eksperimental mengukur *pole figure* untuk semua multiplisitas pole M_h .

$f^n(g)$ dan $P_h^n(y)$ masing masing adalah nilai f_g dan P_h

yang di *refine* pada langkah ke n . N_n adalah faktor normalisasi. Nilai $P_h^n(y)$ dihitung pada setiap siklus.

Langkah pertama dari prosedur ini adalah untuk menghi -

tung $f^o(g)$

$$f^{(0)}(g) = N_0 \left(\prod_{h=1}^l \prod_{m=1}^{M_h} P_h^{exp}(y)\right)^{\frac{1}{M_h}} \quad (12)$$

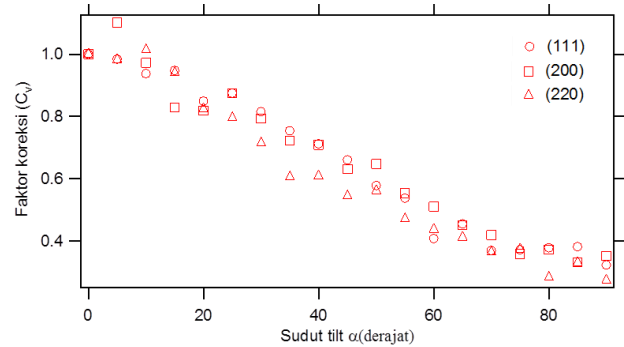
dimana $P_h^{exp}(y)$ adalah *pole figure* yang diukur

3. TATA KERJA

Monokromator yang digunakan adalah kristal tunggal *bent Si(311)* yang di set pada *take-off angle* $2\theta=46^\circ$, untuk mendapatkan panjang gelombang neutron $\lambda=1,279 \text{ \AA}$. Dengan menggunakan cuplikan aluminium pelet yang dibuat dari aluminium serbuk yang ditekan sampai 6000psi diperoleh cuplikan non-tekstur, selanjutnya disebut Al6000psi [8]. Cuplikan tersebut berdiameter 15 mm dan tebal 10 mm. Faktor koreksi dihitung menggunakan cuplikan tersebut dengan cara men-tilt cuplikan dari $c=0^\circ-90^\circ$. Dengan menormalisasi intensitas neutron pada posisi fokus ($c=0^\circ$) yaitu sama dengan satu, maka diperoleh faktor koreksi untuk ketiga puncak Bragg pada setiap sudut *tilt*. *Pole figure* (111), (200), (220) dipilih untuk plat paduan aluminium AA3104 berukuran $52 \times 22 \times 2,45 \text{ mm}^3$ bukaan slit sebelum dan setelah cuplikan masing-masing sebesar 20 mm x 20 mm. *Eulerian cradle* berotasi dari $\phi=0$ sampai 90° dengan step $D\phi=5^\circ$ dan cuplikan berotasi horizontal dari $\psi=0-360^\circ$ dengan step $D\psi=5^\circ$. Pengukuran cacahan neutron menggunakan metode *present count* dengan lama cacahan sekitar 5 menit untuk setiap orientasi cuplikan. Selanjutnya data tekstur dianalisis dengan perangkat lunak MAUD (*Materials Analysis Using Diffraction*)

4. HASIL DAN PEMBAHASAN

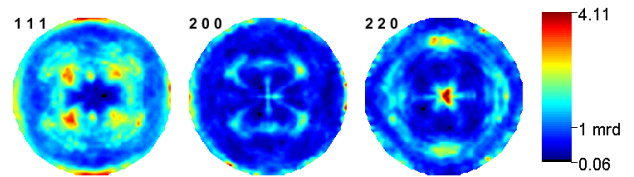
Faktor koreksi ditentukan dengan menggunakan cuplikan non-tekstur Al6000psi. Hasil perhitungan faktor koreksi untuk tiga puncak Bragg pertama yaitu (111), (200) dan (220) ditunjukkan pada Gambar 4. Dari gambar tersebut terlihat faktor koreksi memiliki pola yang sama untuk ketiga puncak Bragg.



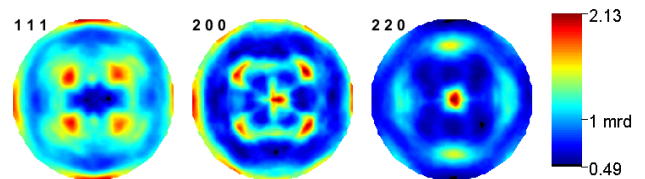
Gambar 5. Faktor koreksi efek defocusing diperoleh dengan menggunakan cuplikan non tekstur Al6000psi.

Faktor koreksi (C_v) digunakan untuk memperbaiki *pole figure*. Data eksperimen untuk cuplikan plat paduan aluminium AA3104 tanpa dan dengan faktor koreksi (C_v) diberikan masing-masing pada Gambar 6 dan Gambar 7.

Dengan metode WIMV (Williams - Imhoff- Matthies - Vinell), selanjutnya dihitung indeks tekstur (F^2) dan ketajaman fungsi distribusi orientasi (*ODF sharpness*). Dari hasil analisis menggunakan resolusi sebesar 5° , indeks tekstur meningkat dari 1,65 m.r.d² menjadi 5,96 m.r.d². Setelah diperbaiki dengan faktor koreksi C_v . Hal ini menunjukkan peningkatan ketajaman fungsi distribusi orientasi sebesar 3,6 kali, Gambar 6 dan Gambar 7 masing-masing menunjukkan *pole figure* sebelum dan setelah dilakukan koreksi intensitas akibat pengaruh defocusing.



Gambar 6. *Pole figure* plat paduan aluminium AA3104 untuk (111), (200) dan (220) sebelum memasukkan factor koreksi efek defocusing, $D_c=5^\circ$, $D_\psi=5^\circ$. Indeks tekstur 1,65



Gambar 7. *Pole figure* plat paduan aluminium AA3104 untuk (111), (200) dan (220) setelah memasukkan factor koreksi efek defocusing, $D_c=5^\circ$, $D_\psi=5^\circ$. Indeks tekstur 5,96.

5. KESIMPULAN

Dari hasil eksperimen dapat disimpulkan faktor koreksi yang disebabkan oleh efek defokusing dapat memperbaiki kualitas *pole figure* dan meningkatkan indeks tekstur. Dengan menggunakan cuplikan AA3104 indeks tekstur meningkat dari 1,65 menjadi 5,96.

6. UCAPAN TERIMA KASIH

Penulis mengucapkan terima kasih kepada teknisi di Bidang Spektrometri Neutron, khususnya kepada Ahmad Ramadhani. Penelitian ini dibiayai oleh Program Riset PKPP 2011.

7. DAFTAR PUSTAKA

1. SHO, *Research on Drawing-Up of the pole figure for orientation analysis of Directional Si Steel Sheet*, J. Mater. Sci. Technol., Vol.16 No. 2, 2000 p.159-160.
2. Dale Wilson and D.W. Bainbridge, Defocusing correction for the measurement of Preferred orientation, Metallurgical Transaction, vol.7, Oct 1971, 2925-2929.
3. Y.S. Liu, L.Depre, L.DeBuyser, T.B. Wu and P.VanHoute, Intensity Correction in Texture Measurement of Polycrystalline Thin Films By X-ray Diffraction, *Texture and Microstructures*, **35**, 2003, pp. 283-290.