



**UNIVERSITAS INDONESIA**

**PENGARUH VARIASI PERSEN BERAT Bi DAN PEMBERIAN  
TEKANAN PADA PARAMETER KISI DAN UKURAN  
KRISTAL SISTEM MATERIAL Sn-Cu-Bi DAN Sn-Cu**

**SKRIPSI**

Oleh

**BAGUS SUBAGJA**

**0706262205**

**FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM  
PROGRAM STUDI FISIKA  
PEMINATAN FISIKA MATERIAL  
DEPOK  
2011**



**UNIVERSITAS INDONESIA**

**PENGARUH VARIASI PERSEN BERAT Bi DAN PEMBERIAN  
TEKANAN PADA PARAMETER KISI DAN UKURAN  
KRISTAL SISTEM MATERIAL Sn-Cu-Bi DAN Sn-Cu**

**SKRIPSI**

**Diajukan sebagai syarat untuk memperoleh gelar sarjana**

Oleh

**BAGUS SUBAGJA**

**0706262205**

**FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM  
PROGRAM STUDI FISIKA  
PEMINATAN FISIKA MATERIAL  
DEPOK  
2011**

## HALAMAN PERNYATAAN ORISINALITAS

**Skripsi ini adalah hasil karya saya sendiri,  
dan semua sumber baik yang dikutip maupun dirujuk  
telah saya nyatakan dengan benar.**

**Nama : Bagus Subagja**

**NPM : 0706262205**

**Tanda Tangan :**



**Tanggal : 27 Desember 2011**

## HALAMAN PENGESAHAN

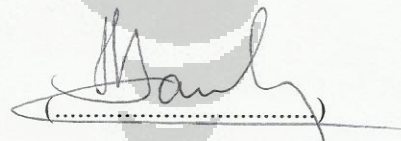
Skripsi ini diajukan oleh

Nama : Bagus Subagja  
NPM : 0706262205  
Program Studi : Fisika  
Peminatan : Fisika Material  
Judul Skripsi : Pengaruh Variasi Persen Berat Bi dan Pemberian Tekanan Pada Parameter Kisi dan Ukuran Kristal Sistem material Sn-Cu-Bi dan Sn-Cu

Telah berhasil dipertahankan di hadapan Dewan Penguji dan diterima sebagai bagian persyaratan yang diperlukan untuk memperoleh gelar Sarjana Sains pada Program Studi S1 Fisika, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Indonesia.

### DEWAN PENGUJI

Pembimbing : Dr. Bambang Soegijono



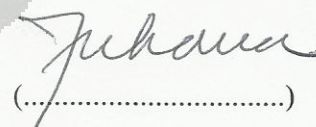
(.....)

Penguji I : Dr. Azwar Manaf M.Met



(.....)

Penguji II : Dr. Dede Djuhana



(.....)

Ditetapkan di : Depok

Tanggal : 27 Desember 2011

## KATA PENGANTAR

Segala puji hanya milik Allah SWT atas limpahan hidayah, taufik, dan keberkahan ilmu kepada penulis, sehingga penulis dapat merampungkan tugas akhir ini dengan baik. Shalawat serta salam senantiasa terlimpah kepada junjungan kita Nabi Muhammad. SAW beserta keluarga, sahabat serta pengikutnya yang setia hingga akhir zaman.

Penulisan skripsi ini dilakukan dalam rangka memenuhi salah satu syarat untuk mencapai gelar Sarjana Sains Jurusan Fisika pada Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Indonesia. Penulis menyadari bahwa selesainya skripsi ini tidak terlepas dari bantuan, bimbingan, dorongan dan doa yang tulus dari banyak pihak, dari masa perkuliahan sampai pada penyusunan skripsi ini. Tanpa itu semua sangatlah sulit bagi penulis untuk menyelesaikan skripsi ini. Untuk itu penulis ingin menyampaikan ucapan terima kasih yang setulus - tulusnya kepada:

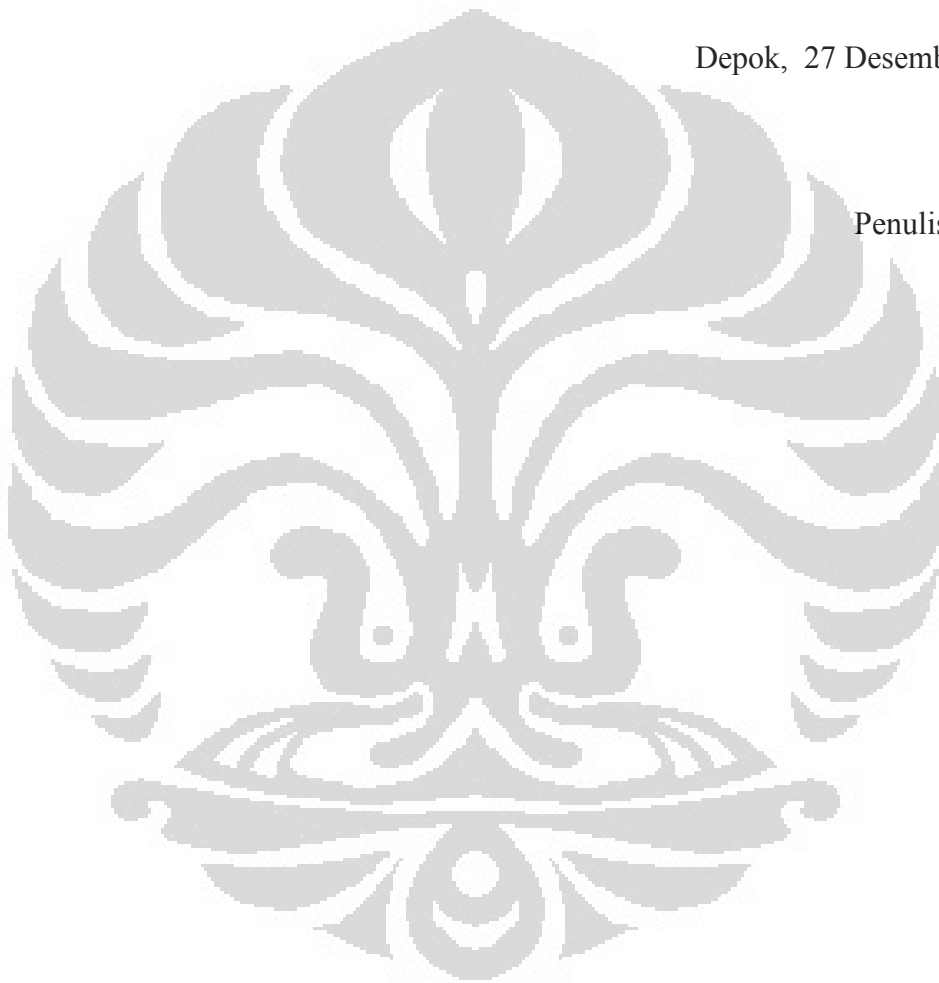
1. Dr. Bambang Soegijono selaku pembimbing yang telah memberikan dan meluangkan segenap waktu, tuntunan, bimbingan, ilmu, serta pengarahan kepada penulis.
2. Dr. Azwar Manaf M.Met dan Dr. Dede Djuhana selaku Penguji yang telah berkenaan memberikan waktu dan kesempatan untuk berdiskusi.
3. Seluruh Dosen yang telah membuat penulis menjadi seperti sekarang baik di departemen Fisika maupun di FMIPA UI. Mbak Ratna yang telah membantu mengurus mengenai administrasi, lalu Mas Mardi, Pak Aman, Pak Budi, Mas Teja dan seluruh Karyawan di departemen Fisika UI.
4. Ibu, Ayah dan Adik-adikku yang tak henti-hentinya memberikan do'a, kasih sayang dan semangat untuk terus maju kepada penulis
5. Sahabat terbaik, teman terbaik, Mahasiswa departemen Fisika UI angkatan 2007. Terutama teman-teman Peminatan Material, Omen, Septian dan Edo. Juga teman-teman lainnya yang tidak bisa disebutkan satu-persatu.
6. Kakak-kakak serta adik-adik di departemen Fisika UI angkatan 2004, 2005, 2006, 2008, 2009, 2010 serta 2011 atas doa serta semangatnya.

7. Kepada barisan peminatan material, Ka Mella, Satrio, Ikin dll, juga rekan-rekan peminatan material 2008 dan 2009.

Akhir kata, semoga Allah SWT membalas semua jasa tersebut diatas dengan sebaik-baiknya balasan. Semoga skripsi ini dapat berguna bagi siapapun yang membacanya, serta dapat dikembangkan dan disempurnakan agar lebih bermanfaat untuk kepentingan orang banyak.

Depok, 27 Desember 2011

Penulis



## **HALAMAN PERNYATAAN PERSETUJUAN PUBLIKASI TUGAS AKHIR UNTUK KEPENTINGAN AKADEMIS**

---

Sebagai civitas akademik Universitas Indonesia, saya yang bertanda tangan di bawah ini :

Nama : Bagus Subagja  
NPM : 0706262205  
Program Studi : Fisika Material S1  
Departemen : Fisika  
Fakultas : Matematika dan Ilmu pengetahuan Alam  
Jenis karya : Skripsi

demi pengembangan ilmu pengetahuan, menyetujui untuk memberikan kepada Universitas Indonesia **Hak Bebas Royalti Noneksklusif (*Non-exclusive Royalty-Free Right*)** atas karya ilmiah saya yang berjudul :

### **Pengaruh Variasi Persen Berat Bi dan Pemberian Tekanan pada Parameter Kisi dan Ukuran Kristal Sistem Material Sn-Cu-Bi dan Sn-Cu**

beserta perangkat yang ada (jika diperlukan). Dengan Hak Bebas Royalti Noneksklusif ini Universitas Indonesia berhak menyimpan, mengalihmedia/formatkan, mengelola dalam bentuk pangkalan data (*Database*), merawat, dan memublikasikan tugas akhir saya selama tetap mencantumkan nama saya sebagai penulis/pencipta dan sebagai pemilik Hak Cipta.

Demikian pernyataan ini saya buat dengan sebenarnya.

Dibuat di : Depok  
Pada tanggal : 27 Desember 2011

Yang menyatakan



(Bagus Subagja)

Nama : Bagus Subagja  
Program Studi : S1 Fisika  
Judul : Pengaruh Variasi Persen Berat Bi dan Pemberian Tekanan pada Parameter Kisi dan Ukuran Kristal Sistem Material Sn-Cu-Bi dan Sn-Cu

### ABSTRAK

Pengaruh variasi persen berat Bi di dalam sistem material Sn-Cu-Bi dan pemberian tekanan pada material solder SnCu terhadap parameter kisi dan ukuran kristal masing-masing sampel material telah diteliti dalam penelitian ini. Material Sn-Cu-Bi yang digunakan memiliki 5 komposisi berbeda dengan variasi persen berat Bi antara 1.2 % hingga 12%. Material SnCu yang digunakan memiliki komposisi 99.3Sn-0.7Cu kemudian diberikan variasi tekanan 5-15ton. Semua material yang digunakan dipreparasi dengan metode solid solution dengan teknik peleburan. Karakterisasi XRD digunakan untuk melihat sifat struktural, fasa yang terbentuk, ukuran kristal serta regangan mikro masing-masing sampel tiap material. Untuk material Sn-Cu-Bi, hasil refinement data XRD menggunakan metode Le Bail menunjukkan bahwa pada komposisi Sn-Cu-Bi dengan persen berat Bi kurang dari 3% membentuk suatu paduan dengan satu fasa Sn. Untuk persen berat Bi lebih dari 6% campuran Sn-Cu-Bi membentuk campuran yang memiliki 2 fasa yaitu fasa Sn dan Bi. Parameter kisi dan ukuran kristal pada sistem material Sn-Cu-Bi berubah seiring dengan bertambahnya persen berat Bi dalam campuran. Untuk material paduan SnCu, pemberian tekanan pada material tersebut memberikan pengaruh pada hasil data XRD tiap-tiap material. Hasil XRD menunjukkan penambahan tekanan memberikan pengaruh pada pergeseran puncak difraksi dan pelebaran puncak difraksi. Gambaran paling jelas terlihat pada puncak difraksi bidang 112. Pelebaran dan pergeseran puncak difraksi itu menunjukkan pengaruh pada ukuran dan regangan mikro kristal.

Kata Kunci : Sn-Cu-Bi, Sn-Cu, Tekanan, Persen Berat, Data XRD, Fasa, Parameter Kisi, Ukuran Kristal, Regangan Mikro.

xiii+59 halaman : 39 gambar, 7 tabel

Daftar Acuan : 16 (1978-2008)



Name : Bagus Subagja  
Study Program : Bachelor Degree of Physics  
Title : Effect of Weight Percent Bi (Bismuth) Variations and  
Pressure Treatment on the Lattice Parameter and  
Crystallite Size of Sn-Cu-Bi and Sn-Cu Material System

### ABSTRACT

In this research, effects of weight percent of Bi (Bismuth) variations and various pressure addition on the lattice parameter and crystallite size of Sn-Cu-Bi and Sn-Cu material system was investigated. Sn-Cu-Bi alloys and Sn-Cu alloys were manufactured using fusion solid solution method with five various composition SnCuBi and pressure addition about 5-15 ton on Sn-Cu alloy. XRD characterization was used to observe the structural properties, type of phase, crystallite size and microstrain. For material Sn-Cu-Bi, refinement XRD data pattern result using Le Bail method shown that material SnCuBi that consist weight percent Bi lower than 3%, formed an alloy with single phase, Sn. For material SnCuBi that consist weight percent Bi upper than 6.5%, mix material that has 2 phase, Sn and Bi phase was formed. Based on refinement XRD data pattern result, lattice parameter change along with the change of Bi concentration. The crystallite size and microstrain would change when the Bi composition increased. For SnCu alloys, the various pressure that was applied to materials could change the XRD pattern. The XRD's result shown that diffraction's peaks pattern become broader. The clearest figure about broadener peaks pattern was shown by diffraction's peak plane 112 (Sn phase).

Keyword : Sn-Cu-Bi, Sn-Cu, XRD Data Pattern, Pressure, Weight Percent, Phase, Lattice Parameter, Crystallite Size, Microstrain,

xiii+59 pages : 39 pictures, 7 tables

Reference : 16 (1978-2008)

## DAFTAR ISI

	Halaman
HALAMAN JUDUL.....	i
HALAMAN PERNYATAAN ORISINALITAS .....	ii
HALAMAN PENGESAHAN .....	iii
KATA PENGANTAR .....	iv
HALAMAN PERSETUJUAN PUBLIKASI KARYA ILMIAH .....	vi
ABSTRAK .....	vii
ABSTRACT .....	viii
DAFTAR ISI .....	ix
DAFTAR TABEL .....	xi
DAFTAR GAMBAR .....	xii
<b>1. PENDAHULUAN .....</b>	<b>1</b>
1.1 Latar Belakang .....	1
1.2 Tujuan Penelitian .....	2
1.3 Batasan Masalah .....	3
1.4 Metode Penelitian .....	3
1.5 Sistematika Penulisan .....	4
<b>2. TINJAUAN PUSTAKA .....</b>	<b>5</b>
2.1 Solder Bertimbal (Lead Solder) SnPb .....	5
2.2 Solder Tanpa Timbal (Lead-Free Solder) .....	7
2.2.1 Sn-Cu Solder .....	7
2.2.2 Substitusi Material Bi pada Solder SnCu Membentuk Solder SnCuBi ..	9
2.3 Hukum Bragg .....	11
2.4 Penentuan <i>Crystallite Size</i> dan <i>Microstrain</i> .....	15
2.5 Metode Penghalusan Rietveld dan Le Bail .....	19

<b>3. KARAKTERISASI SAMPEL DAN PENGOLAHAN DATA.....</b>	<b>22</b>
3.1 Variasi Material yang Digunakan .....	22
3.2 Karakterisasi Sampel .....	23
3.3 <i>Refinement</i> atau Penghalusan Data XRD dengan <i>Software</i> EXPGUI GSAS .....	25
3.3.1 Persiapan Data .....	28
3.3.2 <i>Refinement</i> Pola Difraksi Sinar X dengan <i>Software</i> GSAS.....	30
3.4 Penentuan Ukuran Kristal dan <i>Microstrain</i> .....	38
<b>4. HASIL DAN PEMBAHASAN .....</b>	<b>41</b>
4.1 Karakterisasi Karakterisasi XRD .....	41
4.2 Hasil <i>Refinement</i> atau Penghalusan dengan EXPGUI GSAS .....	43
4.2.1 Hasil EXPGUI GSAS untuk Bahan SnCu .....	43
4.2.2 Hasil EXPGUI GSAS untuk Bahan SnCuBi .....	45
4.3 Hasil Perhitungan Ukuran Kristal dan <i>Microstrain</i> .....	49
4.4 Pembahasan .....	50
4.4.1 Hasil Pengolahan Data XRD Material SnCu .....	50
4.4.2 Hasil Pengolahan Data XRD Material SnCuBi .....	53
<b>5. KESIMPULAN DAN SARAN .....</b>	<b>56</b>
5.1 Kesimpulan .....	56
5.2 Saran .....	57
<b>DAFTAR ACUAN .....</b>	<b>58</b>

## DAFTAR TABEL

Tabel 3.1. Variasi Komposisi paduan Sn-Cu-Bi (dalam wt%) .....	22
Tabel 3.2. Variasi Tekanan Pada Material Sn-Cu.....	23
Tabel 4.1. Hasil Penghalusan paduan Sn-Cu fasa Sn Untuk Setiap Variasi Tekanan .....	44
Tabel 4.2. Hasil Penghalusan paduan Sn-Cu-Bi fasa Sn Untuk Setiap Komposisi Paduan .....	47
Tabel 4.3. Hasil Penghalusan paduan Sn-Cu-Bi fasa Bi Untuk Setiap Komposisi Paduan .....	48
Tabel 4.4. Besar Ukuran Kristal dan Regangan Mikro Fasa Sn dan Bi pada Paduan Sn-Cu-Bi untuk Setiap Komposisi .....	50
Tabel 4.5. Besar Ukuran Kristal dan Regangan Mikro Fasa Sn pada paduan Sn-Cu untuk Setiap Variasi Tekanan.....	50

## DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1.	Diagram Fasa Sn-Pb.....	6
Gambar 2.2.	Diagram Fasa Paduan Sn-Cu .....	8
Gambar 2.3.	Efek Peningkatan Stress terhadap Creep Resistance SnCu dan SnCu Ag.....	9
Gambar 2.4.	Perkiraan Diagram Fasa Sistem Sn-Cu-Bi.....	11
Gambar 2.5.	Skematik Difraksi Bragg.....	12
Gambar 2.6.	Skematik Alat Diffraktometer.....	13
Gambar 2.7.	Grafik 1 Puncak Pola Difraksi Sinar X.....	14
Gambar 2.8.	Pola Difraksi Sinar X dengan Banyak Puncak, Tiap Puncak Mewakili Bidang-Bidang hkl Kristal .....	14
Gambar 2.9.	Efek <i>Broadening</i> pada Puncak Difraksi.....	17
Gambar 2.10	Tipikal Grafik untuk Penentuan Ukuran Kristal dan <i>Microstrain</i> Menggunakan Metode Williamson-Hall.....	19
Gambar 3.1.	Bagan Dasar Pembuatan Material Campuran SnCuBi.....	22
Gambar 3.2.	Alat X-Ray Diffraktometer .....	24
Gambar 3.3.	Tampilan Hasil Penelusuran Database ICDD untuk Material Sn ....	27
Gambar 3.4.	Penggambaran 3 Dimensi Struktur Kristal Material Sn.....	28
Gambar 3.5.	<i>Matching</i> Pola Difraksi dengan <i>Software</i> Match untuk Penentuan Fasa Material.....	29
Gambar 3.6.	Tampilan <i>Software</i> EXPGUI, Bagian Input Phase.....	32
Gambar 3.7.	Tampilan <i>Software</i> EXPGUI, Bagian Input Raw Data (Histogram)	33
Gambar 3.8.	Tampilan <i>Software</i> EXPGUI, Bagian Leastsquare Control .....	34
Gambar 3.9.	Tampilan <i>Software</i> EXPGUI, Menu Powpref, Genles, Liveplot dan LstView .....	35
Gambar 3.10	Hasil Menjalankan Program Powpref dalam <i>Software</i> EXPGUI ....	36

Gambar 3.11. Hasil Menjalankan Program Genles dalam Software EXPGUI.....	36
Gambar 3.12. Hasil Tampilan pada menu Liveplot dalam Software EXPGUI .....	37
Gambar 3.13. Tampilan Liveplot untuk Hasil Refinement yang Sudah Baik .....	38
Gambar 3.14. Tampilan Menu LstView untuk Hasil Refinement yang Baik .....	38
Gambar 3.15. Tampilan <i>Software</i> Bella untuk Pemilihan 1 Puncak Difraksi .....	39
Gambar 3.16. Tampilan Software Bella, Hasil <i>Fitting</i> 1 Puncak Difraksi untuk Penentuan Nilai FWHM Puncak Difraksi Tersebut .....	40
Gambar 4.1. Hasil XRD Material SnCuBi dengan Beberapa Variasi Komposisi .....	41
Gambar 4.2. Hasil XRD Material SnCuBi yang Telah Mengalami Proses Annealing dengan Beberapa Variasi Komposisi .....	42
Gambar 4.3. Hasil XRD Material SnCu yang Mengalami Variasi Tekanan.....	43
Gambar 4.4. Hasil <i>Matching</i> dengan Database untuk Material SnCu .....	44
Gambar 4.5. Tampilan Hasil Refinement dengan Software EXPGUI untuk Material SnCu yang Telah Diberi Tekanan .. .....	45
Gambar 4.6. Hasil Matching dengan Database untuk Material SnCuBi pada Komposisi Pertama .. .....	46
Gambar 4.7. Hasil Matching dengan Database untuk Material SnCuBi pada Komposisi Ketiga.....	47
Gambar 4.8. Tampilan Hasil Refinement dengan Software EXPGUI untuk Material SnCuBi pada Komposisi pertama.....	48
Gambar 4.9. Tampilan Hasil Refinement dengan Software EXPGUI untuk Material SnCuBi pada Komposisi Ketiga.....	49
Gambar 4.10. Perubahan Parameter Kisi fasa Sn pada Material SnCu.....	51
Gambar 4.11. Perubahan dan Pergeseran Puncak Difraksi Bidang (112) Material SnCu.....	52
Gambar 4.12. Perubahan Parameter Kisi fasa Sn pada Material SnCuBi.....	54
Gambar 4.13. Perubahan Parameter Kisi fasa Bi pada Material SnCuBi.....	54

# BAB I PENDAHULUAN

## 1.1 Latar Belakang

Material solder merupakan campuran/paduan yang digunakan dalam proses penyolderan untuk menghubungkan komponen elektronik dengan papan PCB. Selama proses penyolderan, dimungkinkan terjadi kerusakan pada komponen alat elektronik yang disebabkan oleh panas yang digunakan berlebih pada saat penyolderan[1]. Untuk menghindari kerusakan komponen alat elektronik yang sensitif terhadap panas tersebut (seperti transistor dan IC) maka pada saat penyolderan digunakan bahan material solder yang memiliki titik leleh rendah[1]. Titik leleh material solder yang baik berkisar dari  $180^{\circ}$  hingga  $300^{\circ}$ C[1].

Material solder SnPb adalah material solder yang banyak dipakai pada komponen atau rangkaian mikroelektronik [2]. Material solder SnPb khususnya pada komposisi eutektiknya memiliki semua kriteria untuk menjadi material solder yang baik, karena memiliki titik leleh yang rendah ( $183^{\circ}$ C), memiliki wetability yang baik dan memiliki ketahanan yang baik pula serta harganya murah.

Penggunaan Pb (timbal) beberapa tahun belakangan ini kemudian dilarang karena Pb dianggap mengandung racun yang berbahaya bagi manusia dan lingkungan[1,2,3,4]. Dikarenakan pelarangan dan pengurangan penggunaan Pb tersebut maka material solder yang bertimbal (SnPb) pun juga ikut dilarang, khususnya untuk penggunaan pada alat elektronik. Untuk mencari pengganti Pb itu lah banyak penelitian yang dilakukan untuk mencari material solder baru yang memiliki kemampuan sebanding atau tidak jauh berbeda dengan SnPb dan bebas timbal[1,2,3,4].

Ada banyak kandidat material yang dapat digunakan untuk menggantikan SnPb sebagai material solder[5]. Pada penelitian ini digunakan material solder bebas solder SnCuBi dan SnCu. Material SnCu adalah material solder bebas timbal yang banyak digunakan. Hal ini karena harga SnCu murah dan mudah dibuat, namun SnCu ini memiliki kemampuan wetting tidak sebaik SnPb eutektik[6]. Untuk meningkatkan kemampuan wetting dan reliabilitas material tersebut dicampur dengan komponen lain yaitu misalnya Ag, Bi atau Zn[6].

Pada penelitian ini menggunakan 2 jenis material solder yaitu, SnCu dan SnCuBi. Dimana karakterisasi yang dilakukan adalah pengujian dengan XRD (*X-Ray Diffractometer*). Penelitian ini dilakukan untuk mempelajari efek pemberian variasi tekanan terhadap parameter kisi, ukuran kristal dan *microstrain* dari kristal material SnCu eutektik. Selain itu juga untuk mempelajari perubahan parameter kisi, ukuran kristal, mikrostrain kristal material solder SnCuBi yang disebabkan oleh variasi komposisi Bi dalam campuran. Semua analisa tersebut dilakukan setelah mengolah data XRD yang didapat dari pengujian sampel masing-masing material solder.

Teknik difraksi sinar- X memberikan informasi kuantitatif tentang struktur kristal suatu material beserta cacat (*defect*) yang terdapat didalam material tersebut. Analisa pola difraksi sinar- X dari suatu unsur material sangat berguna untuk menentukan karakteristik material tersebut khususnya untuk mengetahui struktur kristal material. Bentuk analisa dari pola difraksi sinar-X (XRD) suatu material dapat berupa indentifikasi fasa (kristal atau *amorf*), penentuan struktur kristal, penghalusan (*refinement*) struktur kristal, analisa kuantitatif fasa kristal, analisa mikrostruktural, analisa tekstur dan analisa *residual stress*[7].

## 1.2 Batasan Masalah

Pada penelitian ini, permasalahan yang dibahas kami batasi pada:

1. Material yang digunakan adalah SnCu dan SnCuBi.
2. Bahan SnCu yang digunakan pada penelitian ini adalah SnCu dengan komposisi eutektiknya. Bahan SnCu eutektik ini diberi perlakuan tekanan atau kompaksi dengan variasi tekanan 5-15 ton.
3. Paduan material solder SnBi yang digunakan pada penelitian ini memiliki variasi nilai wt% Bi dalam paduan material solder SnCu-Bi.
4. Metode *refinement*/ penghalusan yang dipakai adalah metode Le Bail untuk setiap jenis material solder. *Software* atau program yang digunakan untuk *refinement* ini menggunakan program EXPGUI GSAS.
5. Penghitungan dan penentuan ukuran kristal dan mikrostrain menggunakan metode Williamson-Hall.



### 1.3 Tujuan Penelitian

Penelitian ini bertujuan untuk:

1. Mempelajari struktur kristal material solder komersial (SnCu dan SnCuBi) diamati dari hasil pola difraksi sinar- X tiap-tiap material.
2. Penentuan parameter kisi dan *fitting* data pola difraksi XRD material-material yang digunakan pada penelitian ini.
3. Mempelajari pengaruh tekanan yang diberikan pada material solder SnCu terhadap parameter kisi kristal dan mikrostrain serta ukuran kristal material solder tersebut.
4. Mempelajari pengaruh penambahan wt% Bi pada paduan material solder SnCuBi terhadap parameter kisi, mikrostrain dan ukuran kristal material solder tersebut.
5. Mempelajari penentuan parameter kisi pada material yang memiliki dua fasa SnCuBi dengan melakukan *refinement* atau penghalusan dengan Metode Le Bail.
6. Penelitian ini juga dilakukan untuk mempelajari metode *refinement* pola difraksi dengan menggunakan *software* **GSAS- EXPGUI GSAS**.

### 1.4 Metodologi Penelitian

Untuk mencapai tujuan penelitian dengan hasil sesuai dengan yang diinginkan, penelitian ini dilakukan dengan langkah-langkah sebagai berikut:

1. Mengidentifikasi permasalahan yang akan dibahas dan menentukan tujuan penelitian.
2. Melakukan tinjauan pustaka, yaitu membandingkan masalah yang kita punya dengan buku-buku, artikel atau jurnal yang berkaitan.
3. Data pola XRD (berformat .RD) masing-masing bahan dikonversi formatnya terlebih dahulu ke dalam bentuk format .RAW dengan menggunakan *software* Match! dan Bella V2.22 (juga untuk membuat file instrumen alat XRD). Data pola XRD masing-masing bahan juga dibandingkan dengan *database* pola difraksi sinar-X pada *database* ICDD atau dengan program Match! dengan *database* ICOD.

4. Nilai-nilai parameter ( $a$ ,  $b$ ,  $c$ ,  $\alpha$ ,  $\beta$ ,  $\gamma$ , *space group*, posisi atom) yang didapat dari database digunakan sebagai input *phase* pada proses perhitungan parameter kisi yang sesungguhnya bahan tersebut. Kemudian data pola XRD yang berformat .RAW ditambah dengan parameter instrumen berformat .prm digunakan sebagai input histogram pada perhitungan melalui *software* EXPGUI GSAS.
5. Penentuan parameter kisi dan *fitting* atau *refinement* pola XRD dengan menggunakan metode Le Bail (Le Bail Method) dengan menggunakan *software* EXPGUI GSAS. Input parameter phase awal dan histogram yang diperlukan diperoleh dari tahapan sebelumnya.
6. Penentuan ukuran kristal dan mikrostrain dengan menggunakan metode Debye-Scherrer dimana nilai FWHM tiap kurva pola difraksi sinar-X didapat dengan menggunakan *software* Bella V2.22.

#### 1.4 Sistematika Penulisan

Sistematika penulisan terdiri dari lima bab. Bab 1 memuat mengenai latar belakang dari penelitian, pembatasan masalah pada penelitian, maksud dan tujuan serta metode yang digunakan dalam penelitian. Bab 2 merupakan garis besar dari teori dasar yang berhubungan dengan penelitian yang dilakukan. Bab 3 membahas prosedur pengolahan data XRD dari hasil pengujian masing-masing sampel material solder SnCu dan SnCuBi, selain itu juga membahas sampel yang digunakan untuk mendapatkan data XRD tersebut. Pada Bab 3 ini juga dijelaskan bagaimana proses *refinement* pola difraksi sinar x dengan menggunakan *software* EXPGUI GSAS beserta dengan penentuan ukuran kristal dan *microstrain* untuk setiap sampel material solder yang digunakan. Bab 4 berisi tentang hasil serta pembahasan mengenai hasil *refinement* pada pola difraksi sinar x yang digunakan dan hasil perhitungan ukuran kristal dan *microstrain* tiap sampel dari material solder serta menganalisa hasil yang didapat. Terakhir, bab 5 berisi kesimpulan dari keseluruhan penelitian yang telah dilakukan beserta saran yang dapat diberikan penulis untuk penelitian yang serupa.

## BAB II

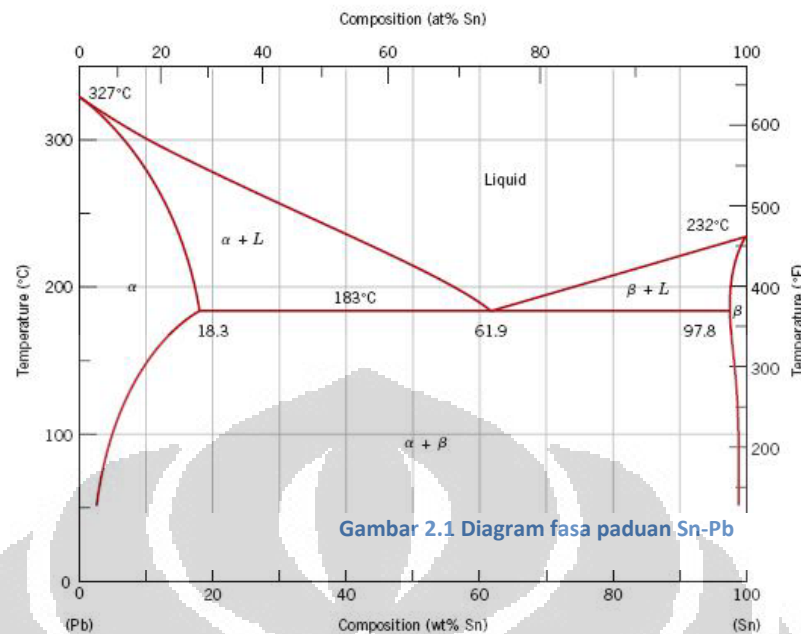
### STUDI LITERATUR

#### 2.1 Solder Bertimbang (Lead Solder) SnPb

Material solder adalah paduan bahan yang digunakan untuk interkoneksi/sambungan antara satu komponen metal dengan komponen metal lain[8]. Material solder dibagi menjadi 2 jenis yaitu *soft solder* dan *hard solder*. Bahan material solder yang digunakan sebagai material *soft solder* adalah material yang memiliki titik lebur antara 180-300 °C. Sedangkan untuk material *hard solder* digunakan bahan metal yang memiliki titik leleh lebih dari 450 °C. Penggunaan material *soft solder* dan *hard solder* juga berbeda. Bahan *soft solder* biasa digunakan untuk interkoneksi komponen elektronik dengan PCB pada suatu rangkaian elektronik. Umumnya digunakan pada rangkaian elektronik berukuran kecil dimana tiap komponen elektroniknya memiliki sensitivitas terhadap suhu tinggi. Bahan paduan *hard solder* umumnya digunakan pada proses *brazing* dan pengelasan[8].

Dalam waktu yang lama, material Pb atau timbal banyak digunakan dalam berbagai aplikasi dari mulai perpipaan hingga rangkaian alat elektronik[9]. Pb atau timbal dikombinasikan dengan timah (Sn), akan membentuk material solder bertitik lebur rendah[9]. Selain memiliki titik lebur yang rendah, paduan Sn-Pb ini memiliki konduktivitas listrik yang baik, reabilitas atau ketahanan yang baik serta murah harganya. Selain itu paduan solder Sn-Pb ini memiliki sifat mekanik yang baik dan kemampuan wetting atau pembasahan yang sangat baik[9].

*Tin/lead solder* (Sn-Pb solder) termasuk dalam jenis *soft solder* dan secara komersial tersedia dalam berbagai komposisi dengan 5%- 70% persen berat timah/ *tin*. Umumnya campuran SnPb yang banyak digunakan adalah Sn60Pb40 dengan titik lebur 370 °F (188 °C) dan Sn63Pb37. Sn63Pb37 adalah komposisi *eutectic* SnPb dilihat dari diagram fasa Sn-Pb seperti yang diperlihatkan Gambar 2.1. Pada komposisi eutectic ini material solder paduan SnPb memiliki titik leleh yang lebih rendah dibanding komposisi yang lain yaitu 183 °C atau 361,4 °F [10,11].



**Gambar 2.1 Diagram fasa paduan Sn-Pb[11]**

SnPb solder itu merupakan sistem dua fase pada temperatur kamar (pada keadaan padat)[12]. Hal ini terjadi karena jari-jari atom Pb jauh lebih besar daripada jari-jari atom Sn sehingga tidak dapat mensubstitusi atom Sn dalam campuran. Sn dan Pb juga memiliki struktur kristal yang berbeda yaitu FCC untuk Pb dan BCT (body centered tetragonal) untuk Sn. Jadi jenis paduan Sn-Pb ini adalah paduan heterogen karena tidak membentuk satu fasa dan hanya tercampur sebagian. SnPb ini bisa mengalami perubahan pada struktur mikronya dalam masa penggunaannya yang disebabkan adanya beban mekanik termal[12]. Perubahan struktur mikro (*microstructure*) pada material tersebut dapat mempengaruhi sifat mekanik dari material solder tersebut. Pengaruh mekanis yang dialami solder akibat beban mekanik termal (*thermo-mechanical loading*) ini memberikan pengaruh pula pada *lifetime* dan batas ketahanan dari suatu rangkaian elektronik[12].

## 2.2 Solder Tanpa Timbal (Lead-Free Solder)

Persatuan negara Eropa atau Uni Eropa melalui salah satu badan organisasinya yaitu WEEE (*Waste Electric and Electronic Equipment*) menyatakan bahwa melarang penggunaan SnPb sebagai material solder mulai tanggal 1 Juli 2006. Hal ini dikarenakan material Pb (timbal) di dalam material solder tersebut dikategorikan sebagai *Restriction of Hazardous Substance RoHS* atau bahan yang berbahaya bagi tubuh manusia dan memiliki dampak yang serius terhadap lingkungan. Melalui pelarangan penggunaan Pb di Eropa membuat banyak negara di dunia yang ikut melakukan hal yang sama untuk mengurangi penggunaan timbal termasuk untuk material solder. Sebelumnya Jepang telah lebih dahulu melakukan pengurangan penggunaan timbal (Pb) yaitu sekitar tahun 2001 dalam penggunaannya untuk produksi alat-alat elektronik dan industri[2,4,5].

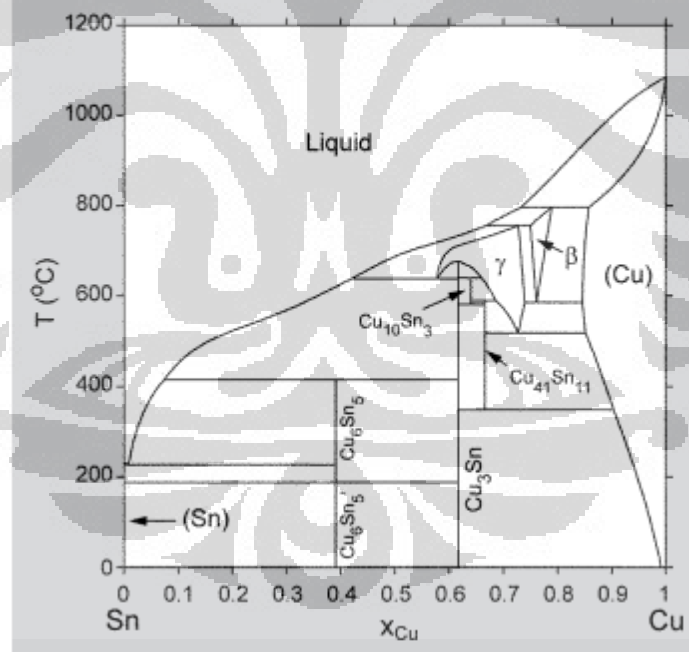
Dibawah tekanan regulasi dan persaingan usaha, pabrik-pabrik manufaktur alat elektronik serta institusi penelitian melakukan penelitian untuk mencari pengganti bahan material solder SnPb. Ada beberapa material yang menjadi kandidat kuat untuk menggantikan SnPb sebagai material solder diantaranya adalah bahan SnZn, SnZnAl, SnBi, SnCu, SnCuAg dan SnAg[5]. Material-material pengganti tersebut memiliki kekurangan dan kelebihan masing-masing, tetapi material solder bebas Pb tersebut minimal harus memiliki kemampuan atau karakteristik (*low melting temperatur, high strength* dan *high reliability* dan murah) yang mendekati bahan material solder SnPb eutektik.

### 2.2.1 Sn-Cu solder

Paduan SnCu eutektik dan SnCu yang mendekati eutektik solder adalah salah satu pengganti SnPb solder yang cukup menjanjikan. Tetapi ketahanan akan *creep* atau *creep resistance* paduan SnCu ini lebih buruk dibandingkan dengan material bebas timbal lainnya. *Creep rupture lifetime* adalah suatu indeks yang sangat penting untuk mengevaluasi ketahanan dari paduan solder tersebut dalam suatu rangkaian elektronik. Strees atau tekanan adalah salah satu faktor penting untuk mempengaruhi ketahanan/ reliability paduan solder[4].

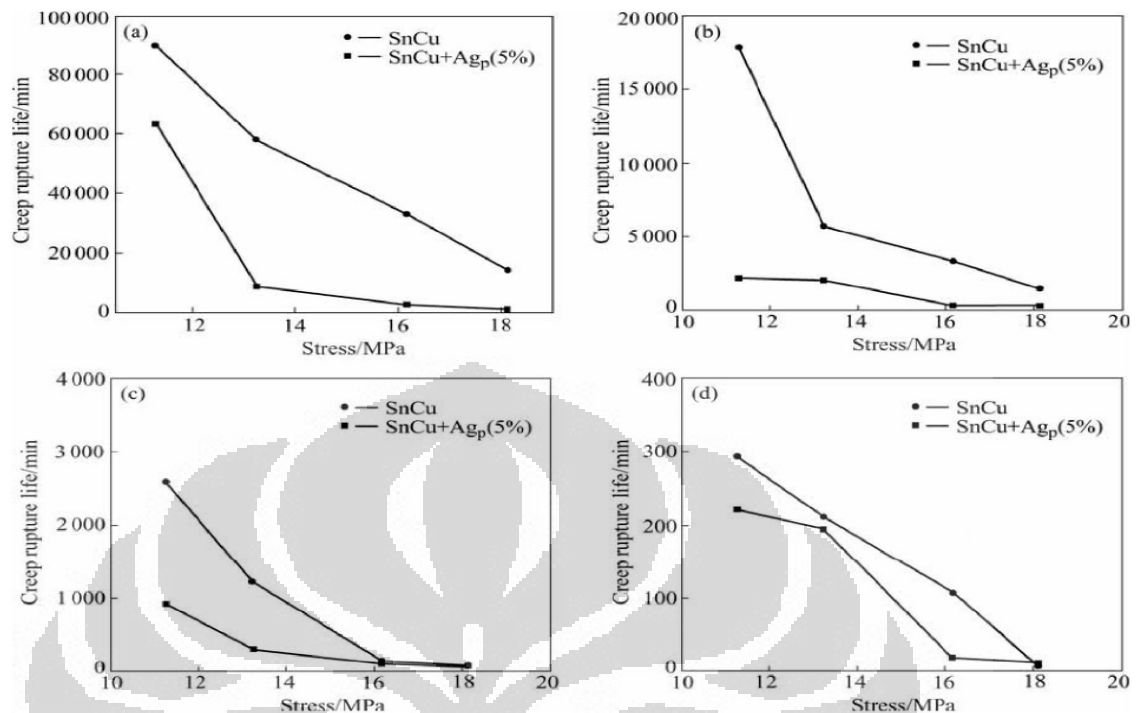
Kekurangan dalam hal *creep rupture lifetime* ini bisa diatasi dengan penambahan *particle reinforcement* pada material SnCu. Penambahan *particle reinforcement* itu bisa dilakukan penambahan sedikit material Ag pada paduan SnCu. Hasil creep rupture lifetime antara material SnCu eutektik dengan SnCuAg dapat dilihat pada gambar 2.3[4].

Dilihat dari diagram fasanya seperti yang ditunjukkan Gambar 2.2, paduan Sn-Cu ini memiliki 7 fasa yaitu fasa  $\beta$ ,  $\gamma$ ,  $\text{Cu}_{41}\text{Sn}_{11}$ ,  $\text{Cu}_{10}\text{Sn}_3$ ,  $\text{Cu}_3\text{Sn}$ ,  $\text{Cu}_6\text{Sn}_5$  (high temperature) dan  $\text{Cu}_6\text{Sn}_5'$  (low temperatur). Semua fasa itu terbentuk oleh reaksi peritectic dan peritectoid. Semua fase yang kaya akan Cu akan mengalami penguraian pada reaksi eutektoid dengan suhu diatas  $350\text{ }^{\circ}\text{C}$ , oleh karena itu hanya fasa  $\text{Cu}_3\text{Sn}$  dan  $\text{Cu}_6\text{Sn}_5$  dan  $\text{Cu}_6\text{Sn}_5'$  yang dapat dijadikan sebagai material solder[13].



Gambar 2.2 Diagram fasa paduan Sn-Cu[13].

Reaksi eutektik terjadi pada suhu  $227\text{ }^{\circ}\text{C}$ , dimana fasa liquid berubah menjadi fasa Sn dan  $\text{Cu}_6\text{Sn}_5$ [13]. Moon et al, berhasil menunjukkan bahwa komposisi Sn pada saat paduan SnCu mencair pada komposisi Sn,  $X_{\text{Sn}}=0.91$  yang mana ini konsisten dengan temperatur eutektiknya[14].



**Gambar 2.3** Efek peningkatan stres pada creep rupture life pada masing-masing paduan solder Sn-Cu dan SnCuAg, (a) pada 50 °C, (b) pada 75 °C, (c) pada 100 °C dan (d) pada 125 °C[4].

### 2.2.2 Substitusi Material Bi Pada Solder SnCu Membentuk Solder SnCuBi

Diantara material bebas solder, paduan Sn-Ag dan SnCuAg merupakan pengganti material solder SnPb yang menjanjikan khususnya untuk soal ketahanan soldernya. Namun Sn-Ag dan SnCuAg tidak mudah untuk diaplikasikan pada komponen elektronika yang memiliki toleransi rendah terhadap temperatur (tidak tahan temperatur tinggi) karena SnAg dan SnCuAg ini memiliki titik lebur yang tinggi dibandingkan material solder lainnya[3].

Alternatif lainnya adalah material solder bebas timbal yang mengandung unsur Bismut (Bi), yang memiliki titik lebur rendah dan hanya membutuhkan suhu penyolderan yang rendah pula dan memiliki *tensile strength* yang tinggi[3]. Keunggulan ini membuat material solder bebas timbal yang mengandung Bi ini menjadi menarik untuk dikembangkan. Namun penambahan unsur Bi pada material solder tak bertimbal (SnBi) membuat material solder itu menjadi kurang ductile[15], yang membuat material solder tersebut sulit untuk meredam *stres* dan

*strain* yang diterima oleh paduan solder tersebut (SnBi). Kekurangan ini membuat ketahanan atau realibilitas paduan menjadi berkurang[3]. Contohnya adalah terjadinya *defect* pada paduan solder yang disebut *fillet lifting*. Untuk meningkatkan sifat mekanis dan ketahanan paduan, paduan solder SnBi itu diperkuat dengan menambahkan material Cu, sehingga membentuk paduan SnBiCu[3].

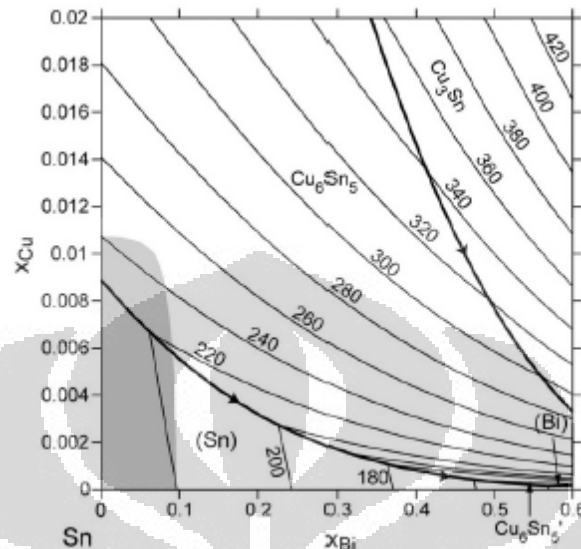
Bismut sendiri adalah salah satu unsur kimia yang dalam tabel periodik memiliki lambang Bi. Bismut memiliki nomor atom 83 dan memiliki konduktivitas thermal yang rendah. Bismut ini tidak larut di dalam air tetapi beberapa campuran bismut bisa larut di dalam air. Dalam industri tidak ada fakta yang menunjukkan bahwa bismut dan campuran bismut itu beracun. Bismut merupakan hasil sampingan dari tambang perak, tembaga dan timah. Bijih bismut yang paling penting adalah bismuthinite dan bismite. Pada tahun 2005, Cina merupakan produsen utama bismut yang menguasai 40% pasar dunia dalam ekspor bismut, diikuti oleh Meksiko dan Peru. Banyak campuran bismut yang memiliki titik lebur rendah dan secara khusus digunakan sebagai campuran pada material solder. Bismut memiliki densitas sebesar  $9.80 \text{ gr/cm}^3$  pada suhu  $20 \text{ }^\circ\text{C}$  dan memiliki struktur kristal trigonal atau rhombohedral.

Bismut memiliki titik lebur sebesar  $271 \text{ }^\circ\text{C}$  dan sangat cocok sebagai pengganti material Pb yang beracun dalam material solder. Ada beberapa paduan material solder yang melibatkan material bismut, diantaranya SnBi, SnZnBi, SnAgCuBi, SnNiBi dan lain-lain. Pada penelitian ini akan menggunakan Bi/ bismut sebagai material substitusi pada material solder SnCu. Material SnCu yang padukan dengan material bismut Bi akan menghasilkan paduan material solder SnCuBi. Secara teknik pembuatan SnCuBi berbeda dengan SnBiCu.

Tidak banyak penelitian yang dilakukan untuk mengetahui karakteristik dari material Sn-Cu-Bi. Ada beberapa penelitian yang dilakukan adalah dengan menggunakan SnBi solder dicampur dengan Cu (tembaga). Sedangkan pada penelitian ini dilakukan pencampuran SnCu solder dengan material Bi. Pada paduan Sn-Bi-Cu sendiri belum ada diagram fasa yang dihasilkan secara eksperimental untuk sistem itu sendiri. Diagram fasa pada paduan itu didapat dari prediksi yang berdasar pada ekstrapolasi termodinamika sistem ternary sistem yang telah baik



contohnya SnAgBi. Gambar prediksi diagram fasa Sn-Bi-Cu ditunjukkan oleh gambar 2.4. perkiraan titik eutektic sistem ini berada pada suhu  $138^{\circ}\text{C}$  dan komposisi fasa eutecticnya yaitu  $X_{\text{Bi}}=0.428$  dan  $X_{\text{Cu}}=0.0004$ [13].



Gambar 2.4. Prediksi perkiraan fasa Sn-Bi-Cu[13]

### 2.3 Hukum Bragg

Secara sekilas, diffraksi sinar X oleh kristal terlihat sama dengan pantulan cahaya tampak yang dilakukan oleh cermin. Terlihat sama karena pada dua fenomena tersebut memiliki sudut pantul yang sama dengan sudut datang sinar. Dari hal demikian kita bisa menganggap bahwa bidang-bidang atom itu bisa kita analogikan sebagai cermin yang “memantulkan” berkas sinar X [15].

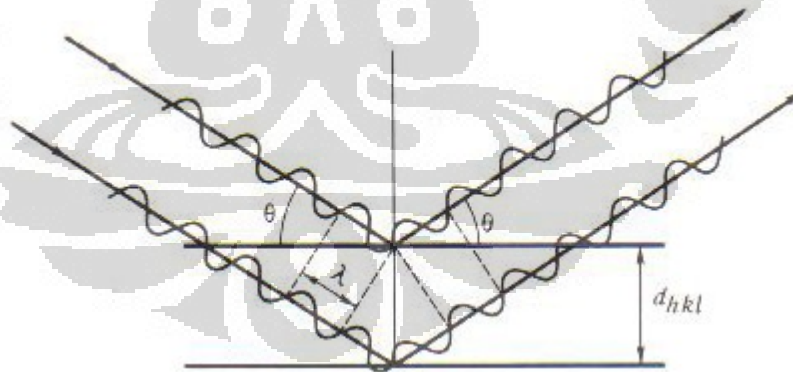
Diffraksi dan refleksi atau pemantulan sebenarnya 2 hal yang berbeda, sedikitnya ada 3 hal fundamental yang membedakan[15], yaitu:

1. Berkas sinar diffraksi dari suatu kristal berasal dari sinar yang dihamburkan oleh seluruh atom pada kristal yang berada pada lintasan sinar datang. Berbeda dengan refleksi yang merupakan pantulan permukaan bidang saja.
2. Diffraksi monokromatik sinar X hanya terjadi mengambil tempat pada sudut tertentu pada sinar datang yang memenuhi hukum Bragg. Sedangkan pemantulan atau refleksi cahaya tampak terjadi pada setiap sudut sinar datang.
3. Pemantulan sinar tampak jika dilakukan pada cermin yang baik maka dapat menghasilkan efisiensi 100 persen (intensitas sinar datang=sinar tampak).

Sedangkan pada difraksi sinar X, intensitas difraksi sinar X ini jauh lebih kecil dibanding dengan intensitas sinar datangnya.

Jika dirangkum, difraksi adalah suatu fenomena hamburan yang melibatkan sejumlah besar atom. Atom-atom tersebut tersusun secara periodik dan teratur pada suatu kisi sehingga hamburan yang dihasilkan oleh atom-atom tersebut memiliki fasa tertentu yang berhubungan dengan atom-atom pada kisi tersebut. Pada hampir sebagian besar arah hamburan terjadi interferensi destruktif tetapi pada sedikit arah hamburan terjadi interferensi konstruktif terjadi dan berkas sinar difraksi terbentuk. Dua hal yang sangat utama dalam difraksi sinar X adalah interferensi gelombang (x-ray) dan satu set hamburan yang disebabkan oleh atom-atom pada kristal yang tersusun secara periodic[15].

Bragg memandang bahwa peristiwa difraksi berasal dari hamburan sinar x oleh bidang-bidang kristal. Di mana pada bidang-bidang itu terdapat atom-atom. Bidang-bidang kristal bisa ini dinamai melalui indeks Miller (Miller index). Penggambaran sederhana hukum Bragg bisa dilihat pada gambar 2.5. Pada gambar itu terdapat 2 bidang kristal dengan jarak antar bidang adalah  $d_{hkl}$ .



**Gambar 2.5 Skematik Difraksi Bragg[10]**

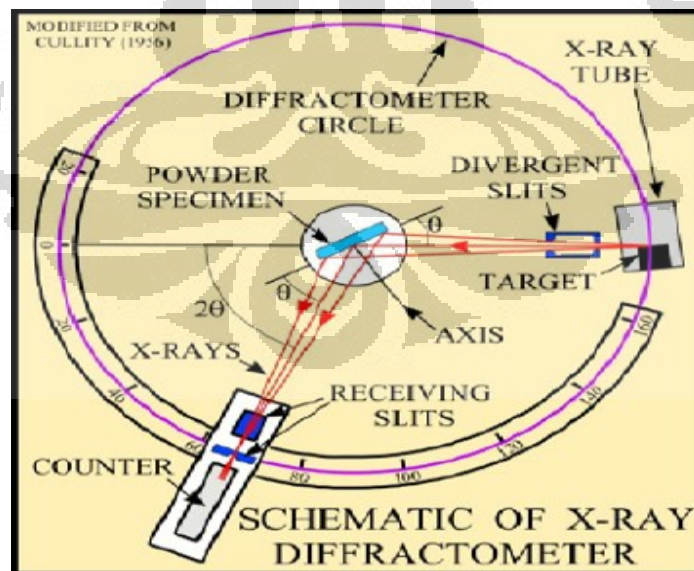
Dua hal yang perlu diingat mengenai fakta geometri dalam hukum Bragg adalah, 1) sinar datang, bidang normal refleksi dan berkas sinar yang didifraksikan berada pada satu bidang, 2) sudut antara berkas sinar yang didifraksikan dengan sinar yang ditransmisikan itu besarnya selalu  $2\theta$ .  $2\theta$  inilah yang dikenal sebagai

sudut diffraksi dan  $2\theta$  inilah yang terukur oleh alat dalam eksperimen diffraksi sinar-x. Pola diffraksi sinar-x yang terjadi akan mengikuti hukum Bragg yang dirumuskan

$$2d \sin \theta = n \lambda \quad (\text{pers. 2.1})$$

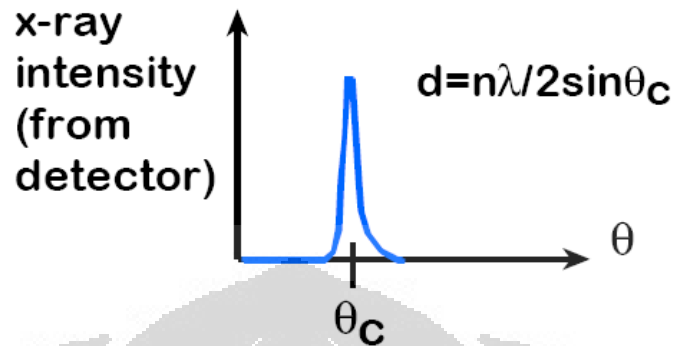
dengan  $d$  adalah jarak antar bidang,  $\theta$  adalah sudut diffraksi,  $\lambda$  adalah panjang gelombang sinar X yang digunakan dan  $n$  adalah bilangan bulat yang menyatakan orde diffraksi (biasanya bernilai 1).

Diffraksi dapat terjadi apabila hukum Bragg  $2d \sin \theta = n \lambda$ , terpenuhi. Sedikitnya ada 4 metode dalam diffraksi sinar-x, yaitu metode Laue, metode kristal berotasi, metode bubuk (Debye-Scherrer) dan metode diffraktometer. Pada penelitian tugas akhir metode XRD yang digunakan adalah metode diffraktometer. Skematik alat x-ray diffraktometer dapat dilihat pada gambar 2.6 Pada alat diffraktometer tersebut sumber sinar yang digunakan berupa sinar-x monokromatik dengan sampel polikristal yang bisa berupa bubuk (*powder*) dan lempengan. detektor yang digunakan berupa SSD (*solid state detector*). Prinsip kerjanya sampel diputar dengan diikuti pula oleh detektor yang berputar mengikuti putaran sampel ( $2\theta$ ).



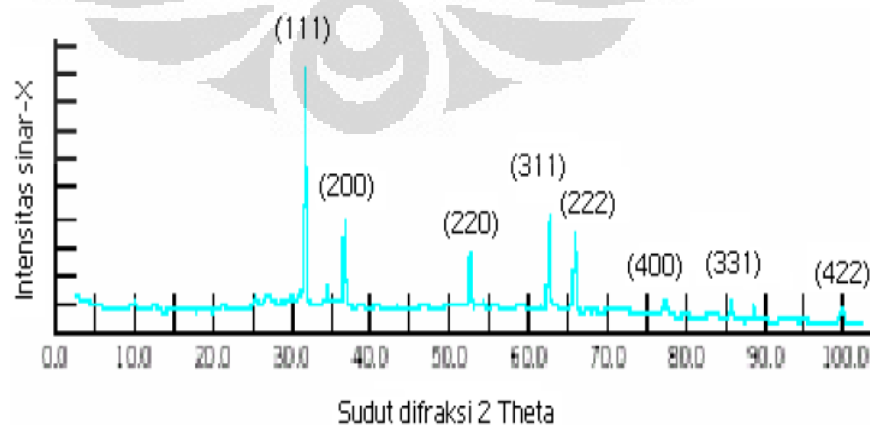
Gambar 2.6 Skematik alat diffraktometer

Detektor akan menangkap intensitas hasil difraksi yang berada pada sudut tertentu (sudut difraksi) seperti yang diperlihatkan gambar 2.6.



Gambar 2.7 Grafik 1 puncak pola difraksi sinar x

Difraktometer yang dijalankan pada satu range sudut tertentu akan menghasilkan sederet puncak-puncak intensitas difraksi seperti yang diperlihatkan oleh gambar 2.8 setiap puncak intensitas difraksi untuk setiap sudut difraksi itu mewakili bidang-bidang kisi kristal yang mendifraksikan sinar X yang datang pada kristal. Pola-pola difraksi berbagai material yang telah diidentifikasi oleh manusia, sebagian telah disimpan dalam berbagai database pola difraksi. Ada banyak database pola difraksi diantaranya ada database ICDD (international Centre for Diffraction Database), COD (Crystallographic Open Database) dan ICSD.



Gambar 2.8 Pola difraksi sinar x yang setiap puncaknya mewakili bidang-bidang hkl kristal.

Dari pola difraksi sinar-x yang diperoleh kita dapat mengetahui karakteristik material yang kita uji dengan XRD tersebut. Karakteristik yang bisa diketahui tersebut adalah tentang informasi struktur(sistem kristal, parameter kisi, preferred orientation dll), indentifikasi campuran, analisa kimia, analisa residual stres, transisi fasa (efek temperatur) dan ukuran kristal dan *microstrain* sampel.

#### 2.4 Penentuan *Crystallite Size* dan *Microstrain*.

Pada penurunan hukum Bragg, kita asumsikan bahwa kondisi ideal terjadi selama peristiwa difraksi berlangsung. Kondisi ideal ini maksudnya adalah kristal yang digunakan dianggap sempurna dan berkas sinar X yang datang (*incident beam*) itu sejajar dan berasal dari sumber yang benar-benar monokromatik (satu panjang gelombang). Kondisi ideal demikian tidak pernah benar-benar terjadi. Faktanya kristal dengan ukuran tertentu memiliki sesuatu yang disebut *imperfection* (ketidaksempurnaan atau cacat).

Ukuran yang “ideal” untuk suatu difraksi bubuk (*powder diffraction*) bergantung pada tingkat kesempurnaan dari material polikristalin, biasanya ukuran kristalnya 0.5  $\mu\text{m}$  hingga 10  $\mu\text{m}$ . Jika ukuran kristalnya itu lebih kecil dari itu maka jumlah bidang yang sejajar yang tersedia saat sinar x datang itu terlalu kecil untuk menghasilkan grafik intensitas difraksi maksimum yang tajam. Pola puncak difraksi yang dihasilkanpun akan mengalami *broadening* atau pelebaran.

*Broadening* atau pelebaran puncak pola difraksi sinar X terlihat dengan jelas pada pola difraksi yang diperoleh dari alat difraktometer. Broadening atau pelebaran puncak pola difraksi terjadi disebabkan 3 faktor utama, yaitu:

1. Efek instrumental, efek ini meliputi ketidaksempurnaan fokus alat, kurang baiknya dalam memfilter puncak  $\alpha_1$  dan  $\alpha_2$ .
2. *Crystallite size* atau ukuran kristal, puncak difraksi akan melebar juga disebabkan oleh ukuran kristal yang kecil, dan analisa pelebaran puncak difraksi dapat digunakan untuk menentukan ukuran kristal dari 100nm sampai 500nm.

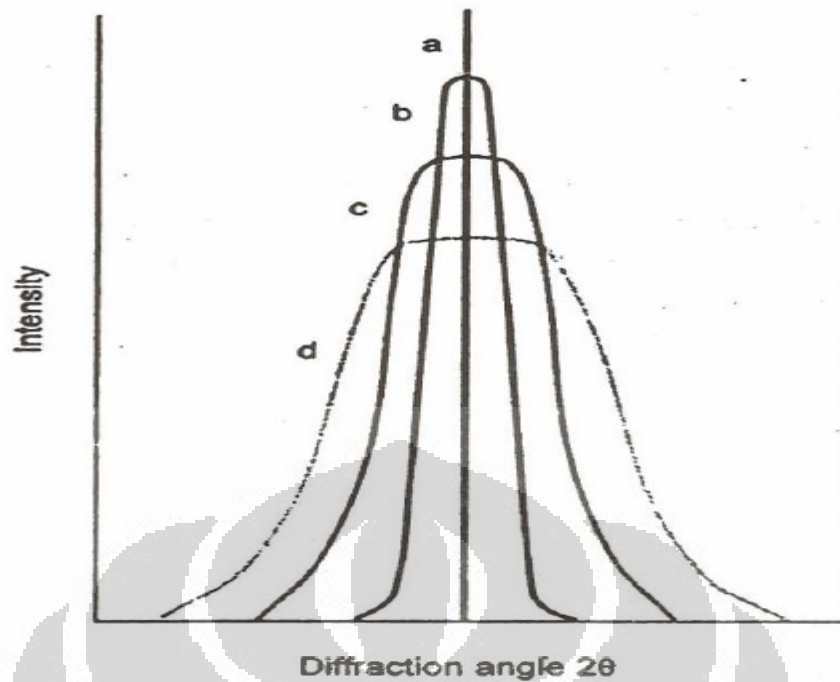
3. *Lattice strain*. Terjadi jika semua efek yang menyebabkan broadening atau pelebaran puncak terjadi secara bersamaan dan menghasilkan pola puncak difraksi yang lebih lebar (diikuti penurunan nilai intensitas).

Penggambaran pola puncak difraksi dari yang ideal kemudian yang mengalami broadening atau pelebaran yang disebabkan oleh efek instrumental, efek ukuran kristal dan *lattice strain* dapat dilihat pada gambar 2.20

Tinggi puncak dan FWHM (*full width half maksimum*) diindikasikan pada suatu puncak difraksi sinar x. *Broadening* atau pelebaran puncak difraksi dievaluasi dengan mengukur lebar B dalam satuan radian pada suatu intensitas yang sebanding dengan FWHM. Scherrer mendapatkan persamaan untuk pelebaran atau *broadening* puncak difraksi sinar x yang disebabkan oleh ukuran kristal yang kecil yaitu,

$$B_{\text{crystallite}} = \frac{k \lambda}{L \sin \theta}, \quad (\text{pers. 2.2})$$

dimana B adalah FWHM,  $\lambda$  adalah panjang gelombang sinar-x yang digunakan,  $\theta$  adalah sudut difraksi atau sudut Bragg, L adalah ukuran kristal rata-rata dan k adalah konstanta.



Gambar 2.9 (a) kurva XRD ideal, (b) kurva puncak XRD yang mengalami broadening oleh faktor instrumen, (c) broadening karena crystallite size, (d) broadening yang disebabkan oleh lattice strain.

Persamaan 2.2 ini disebut persamaan Scherrer dan persamaan ini didapatkan berdasar pada asumsi grafik Gaussian dan kristal kubik dengan ukuran kristal kecil (dengan nilai  $k = 0.94$ ). Tetapi, persamaan ini sekarang banyak digunakan untuk mengestimasi ukuran kristal baik kubus maupun non kubus. Nilai konstanta  $k$  yang digunakan biasanya berkisar dari 0.89-1.39 tetapi umumnya nilai  $k$  yang digunakan itu  $k=1$ .

*Lattice strain* pada suatu material juga merupakan penyebab *broadening* atau pelebaran puncak difraksi yang dituliskan dalam bentuk persamaan

$$B_{strain} = \eta \tan \theta , \quad (\text{pers. 2.3})$$

Dimana  $\eta$  adalah *strain* material tersebut.

Suatu material dimungkinkan mengalami *broadening* atau pelebaran puncak difraksi sinar x yang disebabkan oleh ukuran kristal yang kecil dan *lattice strain*. Perhitungan ukuran kristal dan lattice strain yang menyebabkan broadening

biasanya menggunakan puncak-puncak difraksi yang berada pada sudut-sudut kecil agak efek broadening ini bisa terlihat dengan baik.

Lebar puncak difraksi yang telah dikurangi efek instrumennya  $B_r$ , itu sekarang dapat dianggap sebagai penjumlahan lebar ukuran kristal yang kecil dan lattice strain, yang dituliskan dalam persamaan

$$B_r = B_{crystallite} + B_{strain} \quad . \quad (\text{pers. 2.4})$$

Dan dari dua persamaan sebelumnya persamaan diatas menjadi

$$B_r = \frac{k \lambda}{L \sin \theta} + \eta \tan \theta \quad , \quad (\text{pers. 2.5})$$

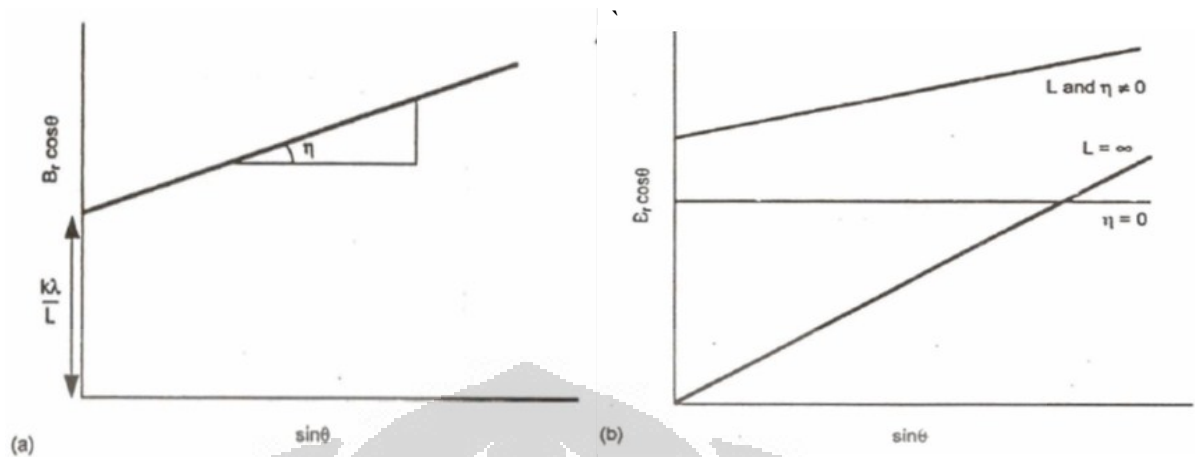
Kemudian persamaan diatas dikalikan dengan  $\cos \theta$ , maka persamaannya menjadi

$$B_r \cos \theta = \frac{k \lambda}{L} + \eta \sin \theta \quad . \quad (\text{pers. 2.6})$$

Dari persamaan diatas jelas bahwa jika plot  $B_r \cos \theta$  terhadap  $\sin \theta$  maka kita akan mendapatkan garis lurus dengan gradien  $\eta$  dan intercept/ perpotongan  $\frac{k \lambda}{L}$ , seperti yang digambarkan pada gambar 2.10a Ukuran kristal L dapat dihitung dari nilai perpotongan  $\frac{k \lambda}{L}$  dengan nilai k tertentu (anggap  $k=1$ ) dan  $\lambda$  (panjang gelombang sinar X) tertentu.

Dari persamaan sebelumnya semakin besar nilai intercept atau perpotongan maka akan semakin kecil ukuran kristal dan jika semakin besar ukuran kristal (tidak menghasilkan pelebaran puncak difraksi) maka kurva garis lurus tersebut akan memotong titik pusat (0,0) dan secara skematik diperlihatkan pada gambar 2.10b Nilai  $\eta$  jika semakin kecil maka akan membuat persamaan garis lurusnya menjadi flat (rata, mendekati garis horizontal) dan memperlihatkan efek *strain* pada material dan secara skematik diperlihatkan pada gambar 2.16b.





Gambar 2.10a. Grafik  $B_r \cos \theta$  dengan  $k\lambda/L$ , mengindikasikan bahwa bagian intercept dan slope dapat digunakan untuk menghitung ukuran kristal  $L$  dan lattice strain  $\eta$ .

Gambar 2.10b. Tipikal grafik yang menunjukkan kontribusi  $L = \infty$ ,  $\eta = 0$  dan  $L$  dan  $\eta$  tidak sama dengan nol.

## 2.5 Metode Penghalusan Rietveld dan Le Bail

Tujuan dari analisa Rietveld adalah untuk mencocokkan suatu model struktur (struktur kristal) dengan data pola difraksi. Untuk melakukan analisa rietveld ini membutuhkan penentuan parameter struktur (unit sel, posisi atom, parameter kisi dan lain-lain) untuk semua fase kristal yang ada pada suatu material uji. Selain itu juga membutuhkan variasi nilai dari instrumen alat difraktometranya dan parameter sampel yang menjelaskan tentang eksperimen dan kondisi sampel seperti faktor skala, pelebaran puncak (peak broadening), background, preferred orientation dan lain-lain. Pada banyak kasus, analisa rietveld digunakan untuk mengetahui dan penentuan parameter struktur, sekarang ini metode ini juga dapat digunakan untuk mengetahui banyaknya fase kristal dalam suatu material uji, tipe dan jumlah broadening atau pelebaran puncak, arah atom/ kristal yang dominan (preferred orientation) dan tipe kristal yang sejenis dengan sampel[7].

Analisa Le Bail hampir sama dengan analisa rietveld yaitu bekerja dengan menggunakan fitting non linear least square untuk mengoptimasi atau me-refine parameter-parameter kristal. Hal ini artinya yang pertama kita lakukan dalam analisa rietveld dan le bail adalah menentukan atau mengaproksimasi semua

parameter yang akan diproses *fitting*. *Fitting* pada analisa rietveld ini tujuannya adalah untuk meminimalkan *residual fuction* atau fungsi residu antara intensitas data observasi/ eksperimen dengan intensitas perhitungan, atau jika dirumuskan[7],

$$WSS = \sum_i^n w_i (I_i^{exp} - I_i^{calc})^2, \quad w_i = \frac{1}{I_i^{exp}} \quad . \quad (\text{pers 2.7})$$

dengan  $I_i^{exp}$  adalah intensitas observasi step ke i, dan  $I_i^{calc}$  adalah intensitas kalkulasi pada step ke i.

$I_i^{calc}$  pada persamaan diatas memenuhi persamaan

$$I_i^{calc} = S_F \sum_k L_K |F_K|^2 S(2\theta_i - 2\theta_k) P_K A + bkg_i \quad . \quad (\text{pers 2.8})$$

Dengan  $S_F$  adalah faktor skala, K adalah indeks Miller hkl suatu bidang difraksi,  $L_K$  adalah faktor Lorentz, polarisasi dan multiplisitas,  $S(2\theta_i - 2\theta_k)$  adalah fungsi bentuk profil (bentuk puncak difraksi),  $P_K$  adalah faktor *preferred orientation* atau arah bidang yang dominan dimiliki oleh kristal, A merupakan faktor absorpsi,  $F_K$  merupakan faktor struktur untuk difraksi Bragg ke- K dan  $bkg_i$  merupakan intensitas background yang digunakan.

Perumusan persamaan 2.8 di atas memberikan kita informasi bahwa spektrum pola difraksi dipengaruhi pada 3 hal utama, yaitu:

1. *Phase/ fasa*: mencakup struktur kristal, struktur micro, volum sel dan lain-lain,
2. Karakteristik geometri instrumen: intensitas sinar-X, polarisasi Lorentz, background resolusi, penyimpangan (*aberration*) dan lain-lain,
3. Sampel: posisi, bentuk dan dimensi dan arah sampel (*preferred orientation*).

Prosedur minimalisasi kuadrat terkecil memberikan satu set persamaan yang melibatkan turunan semua intensitas perhitungan(kalkulasi),  $I_{calc}$ , terhadap setiap parameter yang diatur. Perhitungannya menggunakan proses iterasi untuk mendapatkan parameter terbaik.

Hubungan antara parameter yang diatur dan intensitas yang diobservasi tidak linear, maka dari itu model awal tidak boleh jauh menyimpang dari nilai yang sesungguhnya. Jika kita memasukan parameter-parameter yang jauh menyimpang dari observasi maka nilai model yang kita tidak akan mencapai nilai minimum global dan akan divergen atau keliru. Parameter model yang dapat diperhalus bukan hanya posisi atom, parameter termal dan *site occupancy* (posisi atom), tetapi juga parameter untuk background, kisi, faktor geometri instrumen, aberasi spesimen, komponen amorf dan beberapa penyebab pelebaran puncak difraksi (*broadening*) seperti ukuran kristal dan mikrostrain.

Intensitas background,  $bk_{g,i}$ , yang banyak digunakan dalam metode *refinement* Rietveld fungsinya berbentuk polinomial sebagai fungsi  $2\theta$  :

$$bk_{g}(2\theta_i) = \sum_{n=0}^{N_b} a_n(2\theta_i)^n, \quad (\text{pers. 2.9})$$

dengan  $N_b$  adalah derajat polinomial dan  $a_n$  adalah koefisien polinomial. Intensitas background dari penghalusan Rietveld dan Le Bail ini harus diperhalus/ *refine* kecuali kalau pola intensitas XRD sangat sederhana.

Fungsi profil refleksi atau difraksi secara analitik dapat dinyatakan dalam berbagai macam fungsi seperti :

1. fungsi Psuedo- Voigt
2. fungsi Pearson VII
3. fungsi Gaussian
4. fungsi Lorentzian

Proses penghalusan Rietveld akan terus menerus mengubah atau mengatur parameter sampai minimum WSS tercapai. Minimum WSS tercapai ketika “fit terbaik” seluruh pola terhitung pada seluruh pola observasi tercapai. Tentu saja “fit terbaik” ini sangat tergantung pada model dan parameter awal yang digunakan.

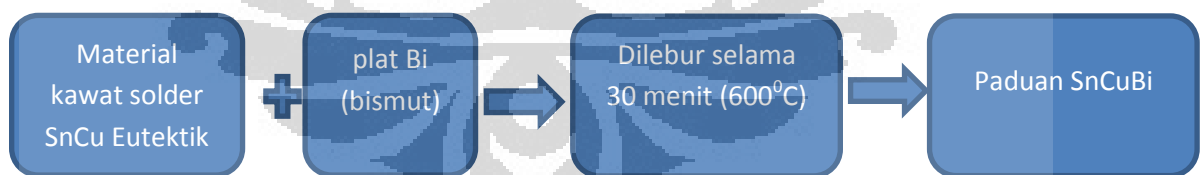
## BAB III

### KARAKTERISASI SAMPEL DAN PENGOLAHAN DATA

#### 3.1 Variasi Material yang Digunakan

Pada penelitian ini, material yang digunakan adalah material SnCu dan SnCuBi. Material SnCu yang digunakan adalah material 99.3Sn-0.7Cu yang bisa didapat secara komersial dipasaran. Material 99.3Sn-0.7Cu tersebut dilebur dan dicetak pada suatu cetakan dengan bentuk *pellet*. Material SnCu tersebut dilebur pada suhu 600 °C. Paduan SnCu yang terbentuk itu kemudian dikompresi dengan alat press dengan variasi tekanan 5 ton, 10 ton dan 15 ton.

Material SnCuBi yang digunakan adalah paduan antara bahan material solder SnCu komersial dan material Bismut (Bi). Sampel SnCuBi ini divariasikan berdasarkan persen berat Bi. Material bismut yang digunakan memiliki kemurnian 99.9%. Bahan SnCu dan Bi itu dicampurkan dan dilebur selama 30 menit dengan suhu 600 °C. Selama proses peleburan berlangsung, paduan berada dalam atmosfer *inert* (gas Nitrogen). Setelah itu, paduan dituang ke wadah dan didinginkan (pada suhu ruang) hingga menjadi padatan. Secara garis besar proses serta langkah-langkah pembuatan SnCuBi diilustrasikan pada bagan di Gambar 3.1.



Gambar 3.1 Bagan Pembuatan SnCuBi secara garis besar

Berikut adalah tabel material yang digunakan,

Tabel 3.1 Tabel material SnCuBi yang digunakan dalam penelitian

No	Sampel	Bi (wt%)	Sn (wt%)	Cu (wt %)
1	SnCuBi1	<b>1.3</b>	98	0.7

2	SnCuBi2	<b>3</b>	96.3	0.68
3	SnCuBi3	<b>6.6</b>	92.8	0.65
4	SnCuBi4	<b>9</b>	90.4	0.64
5	SnCuBi5	<b>11.8</b>	87.5	0.62

**Tabel 3.2** Tabel material SnCu yang digunakan.

Sampel	Variasi	Kode Sampel
SnCu komersial (99,3Sn-0,7Cu)	Diberi tekanan nol ton	SnCu0ton
	Diberi tekanan 5 ton	SnCu5ton
	Diberi tekanan 10 ton	SnCu10ton
	Diberi tekanan 15 ton	SnCu15ton
	Melalui proses annealing	SnCuanyl

Material SnCu dan SnCuBi untuk setiap komposisi juga diberikan perlakuan panas atau *annealing*. Material sampel SnCu dan SnCuBi yang di-*anneal* ini akan digunakan sebagai sampel standar dalam perhitungan ukuran kristal dan regangan kisi (*microstrain*). Material SnCu dan SnCuBi di-*annealing* pada suhu 200 °C selama 1 jam.

### 3.2 Karakterisasi Sampel

Karakterisasi dilakukan pada seluruh sampel yang digunakan. Karakterisasi yang dilakukan adalah uji dengan menggunakan XRD (*X-Ray Diffraktometer*). Uji XRD ini dilakukan untuk melihat efek pemberian tekan atau kompresi pada material SnCu terhadap struktur kristal (parameter kisi, perubahan fasa dan lain-lain) dan mikrostruktur (ukuran kristal dan mikrostrain) material tersebut. Untuk material SnCuBi, uji XRD ini dilakukan untuk mengetahui efek variasi persen berat Bi di dalam campuran terhadap perubahan fasa dan struktur kristal material tersebut.

*X-Ray Powder Diffractometer* yang digunakan adalah Philips PW 3710/40kV yang berlokasi di Salemba seperti yang ditunjukkan pada Gambar 3.1. Alat

XRD ini beroperasi pada tegangan 40 KV dengan arus sebesar 30 mA. Sumber radiasi sinar X pada alat XRD ini adalah *cobalt*, Co-K $\alpha$  yang memiliki panjang gelombang elektromagnetik,  $\lambda$ , sebesar 1.78897 Å. *Scan step* XRD yang dilakukan sebesar 0.02 $^{\circ}$ , mulai dari sudut 19.9 $^{\circ}$  hingga 99.81 $^{\circ}$ .



Gambar 3.2 X-Ray Powder Diffractometer Philips PW 3710/ 40KV

Dari kurva XRD yang dihasilkan, kita dapat ketahui parameter kisi, fasa yang terbentuk serta space group dengan cara mengolah data XRD yang ada dengan menggunakan *software* Match $^{\circ}$  dan EXPGUI-GSAS.

Besarnya ukuran kristal atau *crystallite size* dapat dihitung dengan menggunakan Debye- Schererr , yaitu :

$$D_{hkl} = \frac{0.9 \lambda}{B \cdot \cos \theta} \quad (\text{pers 3.1})$$

$D_{hkl}$  adalah besarnya ukuran kristal atau *crystallite size*, sedangkan  $\lambda$  adalah panjang gelombang sinar x yang digunakan, B adalah FWHM (full width half maximum) puncak XRD dalam satuan radian dan  $\theta$  ( $1/2 * 2\theta$ ) adalah sudut difraksi dari puncak XRD tersebut.

Dalam penentuan ukuran kristal setiap sampel menggunakan persamaan 3.1 yang telah dimodifikasi menjadi seperti pada persamaan 3.2 dengan mengikutsertakan kontribusi dari *lattice strain*.

$$B_r \cos \theta = \frac{k\lambda}{L} + \eta \sin \theta . \quad (\text{pers 3.2})$$

Pada persamaan 3.2  $B_r$  adalah hasil pengurangan FWHM yang telah mengalami koreksi dari sampel standar. Sampel standar yang digunakan di sini adalah sampel yang telah melalui proses annealing yang baik. Nilai  $\eta$  adalah bentuk kontribusi dari *lattice strain* (regangan kisi). Metode perhitungan pada persamaan 3.2 dikenal sebagai metode Williamson-Hall.

### 3.3 Refinement atau Penghalusan Data XRD dengan Software EXPGUI GSAS

Penentuan parameter kisi dan analisa rietveld atau Le Bail dalam penelitian ini menggunakan *software* EXPGUI-GSAS. Data utama yang dibutuhkan dalam analisa dengan *software* EXPGUI GSAS ini adalah data hasil pengujian XRD pada setiap sampel. Berikut adalah data atau informasi yang dibutuhkan dalam proses analisa dengan *software* EXPGUI-GSAS.

#### 1. Data XRD

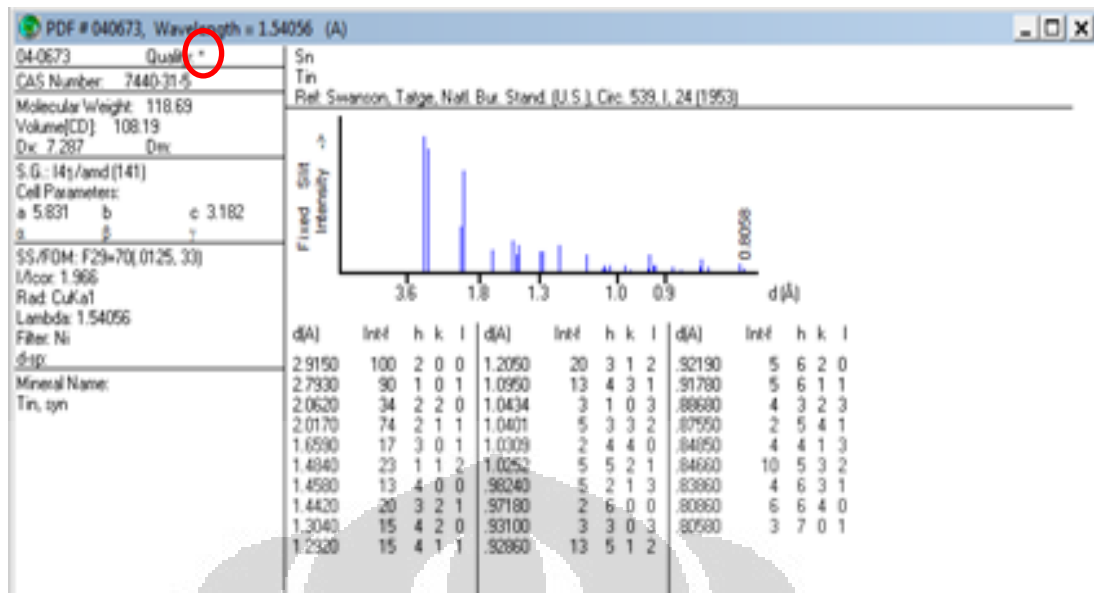
Dalam penelitian ini data XRD yang digunakan berasal dari hasil karakterisasi XRD yang dilakukan pada setiap sampel. Data XRD yang diperoleh memiliki scan step 2 $\theta$  sebesar 0.02 $^{\circ}$  dari 19.99 $^{\circ}$  hingga 99.81 $^{\circ}$ . Data XRD yang didapat ini berformat \*.RD. Dalam proses analisa dengan menggunakan *software* EXPGUI GSAS ini digunakan *raw data* berformat \*.raw atau \*.gsa sehingga data XRD yang berformat \*.RD tersebut itu perlu dikonversi ke format \*.raw.

#### 2. Database XRD

*Database* XRD berguna sebagai pembanding dari data XRD hasil pengujian yang kita lakukan dengan data XRD yang telah dikumpulkan oleh para peneliti sebelumnya yang dimasukkan ke dalam bentuk *database*. Dari hasil perbandingan data XRD yang kita punya dengan *database* XRD itu kita bisa mendapatkan perkiraan mengenai fasa material yang kita punya, apakah itu satu fasa atau multifasa. Selain itu dari *database* tersebut kita bisa mendapatkan informasi awal yang dapat digunakan sebagai parameter input untuk analisa rietveld dan le bail dengan *software* GSAS. Informasi awal itu berupa prediksi *space group* material yang kita punya, parameter kisi awal, posisi atom dan lain-lain.

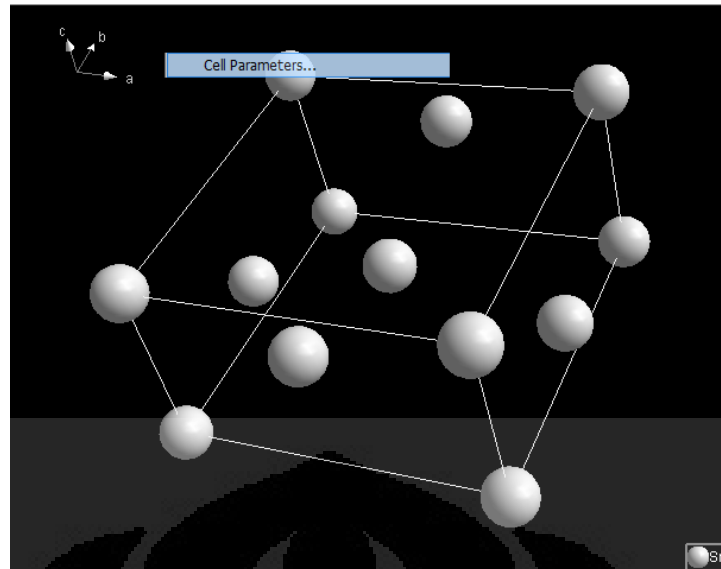
Terdapat berbagai *database* XRD yang dapat digunakan dalam analisa XRD. *Database* yang umum dipakai adalah ICDD (*International Center of Diffraction Database*). Selain ICDD, adapula ICSD (*Inorganic Crystal Structure Database*) dan ICOD (*International Crystallography Open Database*) yang terdapat pada *software* MATCH©. Kualitas data dalam setiap *database* bervariasi, dan biasanya memiliki kode tersendiri. Untuk *database* dengan tanda bintang, \* (contoh Gambar 3.3) ini merupakan data XRD dari *database* dengan kualitas yang tinggi, sedangkan kode *i* menandakan bahwa puncak-puncak difraksi data tersebut bisa teridentifikasi dan intensitasnya dapat dipercaya, lalu kode C adalah bentuk pola hitungan dalam penentuan parameter kisinya dan terakhir adalah O, ini tingkat kepercayaan data itu rendah.





Gambar 3.3 Data XRD material Sn (timah) dari database ICDD dengan kualitas sangat baik (\*).

Pada penelitian ini penulis menggunakan database yang berasal dari ICDD dan ICOD. keunggulan database dalam ICOD adalah database ini memiliki informasi mengenai posisi atom yang berguna dalam proses *refinement* dengan *software* GSAS. Penggunaan database ICOD yang terdapat di dalam *software* MATCH © memiliki keunggulan yaitu selain data pada database ini dilengkapi dengan posisi atom (kalau ICDD PCPDF 2 tidak), *software* MATCH tersebut diintegrasikan dengan *software* grafis seperti *software* Diamond 3.2. Visualisasi yang ditampilkan pada *software* Diamond dapat memberikan kita gambaran tentang *unit cell* atau sel satuan kristal contohnya pada Gambar 3.4. Dari visualisasi dari *unit cell* ini selain kita mengetahui jarak antar atom, posisi atom dan parameter kisi lainnya, kita juga dapat melihat ukuran atom-atom pada *unit cell* kristal tersebut.



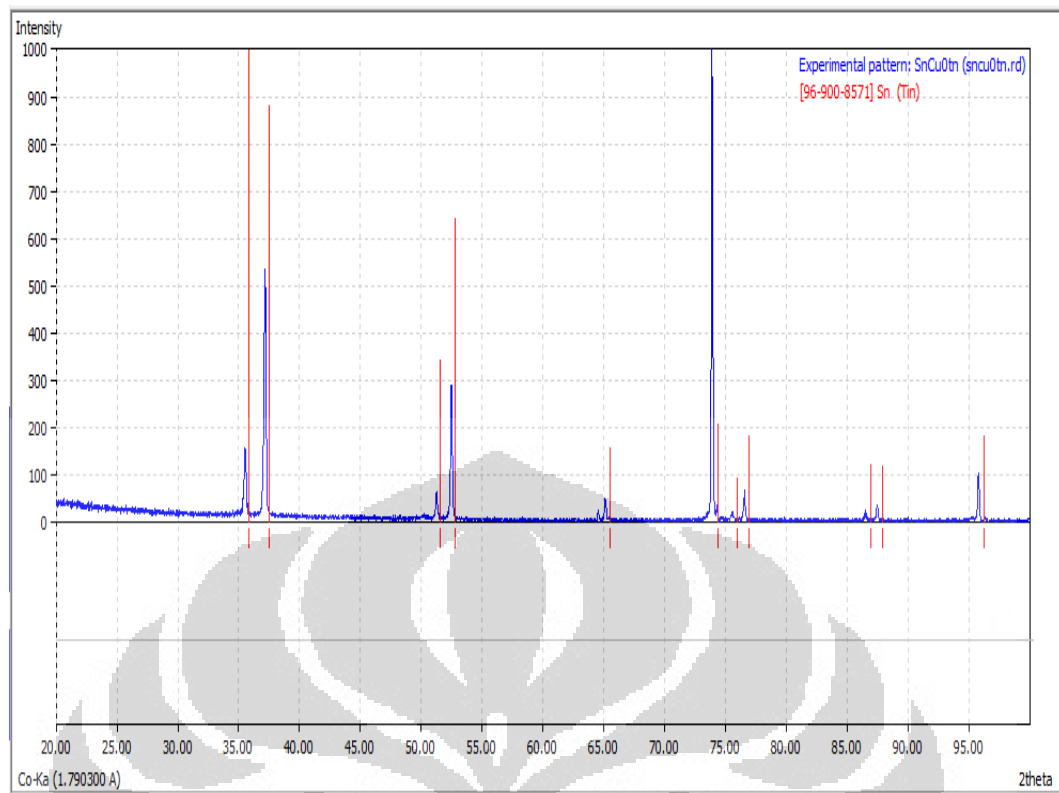
Gambar 3.4 Penggambaran 3 dimensi dari struktur kristal 1 (satu) unit cell atom Sn (timah).

### 3. Instrumen parameter.

Instrumen parameter ini merupakan salah satu input data yang penting dalam penghalusan atau *refinement* dengan metode Rietveld dan Le Bail melalui *software* GSAS. Instrumen parameter ini merupakan suatu *file* yang berisi tentang informasi *range* atau rentan panjang gelombang sinar X yang digunakan dalam pengujian XRD.

#### 3.3.1 Persiapan data

Setelah mengecek kelengkapan data XRD yang kita miliki untuk masing-masing sampel, selanjutnya adalah kita melakukan perubahan format data XRD yang berformat \*.RD menjadi file data XRD berformat \*.raw atau \*.gsa. Proses konversi data ini menggunakan *software* MATCH dan BELLA V2.22. Data XRD berformat \*.RD itu diimpor ke dalam *software* MATCH. Di dalam *software* Match, data XRD yang kita punyai kita bandingkan dengan data XRD pada database untuk melihat kemiripan pola difraksi data XRD kita punyai dengan pola difraksi dengan database (lihat gambar 3.5).



**Gambar 3.5** *Matching* pola difraksi eksperimen dengan pola difraksi database pada bahan SnCu.

Pada gambar 3.5, fasa SnCu material yang uji ternyata memiliki kemiripan fasa dengan material Sn. Dalam gambar tersebut ditunjukkan bahwa material SnCu yang kita punyai hanya memiliki 1 fasa. Hal ini terlihat dari adanya *peak* atau puncak difraksi yang mewakili fasa Sn (tetragonal i-centered). Informasi ini sangat berguna, karena hasil *matching* yang dilakukan itu digunakan sebagai input phase parameter pada *software* GSAS. Data XRD *database* yang memiliki kemiripan dengan data XRD eksperimen tersebut di-*save*/ disimpan dalam format .CIF atau (*crystallographic information file*).

Dengan menggunakan *software* MATCH ini kita juga lakukan proses  $\alpha_2$  *stripping*, dimana proses ini bertujuan untuk menghilangkan kontribusi panjang gelombang  $\alpha_2$  yang menyebabkan terkadang grafik puncak XRD tersebut split menjadi seperti ada 2 *peak* atau puncak. Selain itu kita juga bisa melakukan *background subtraction* atau penghilangan intensitas background yang biasanya disebabkan oleh instrumen alat difraktometer.

Data XRD yang kita *matching* atau padankan dengan *database* dan kita lakukan  *$\alpha 2$  stripping* selanjutnya kita ekspor dalam format \*.dat dengan bentuk data dalam 2 kolom ( $2\theta$  atau  $d$  dengan intensitas) atau bisa juga disebut format XY. Data XRD yang berformat XY ini kita buka dengan program BELLA V2.22 untuk dikonversi ke dalam bentuk format \*.raw yang digunakan untuk keperluan GSAS. Pada program BELLA V2.32 ini juga kita buat file instrumen parameter dengan memilih jenis panjang gelombang sinar-X yang digunakan disesuaikan dengan sinar-x yang digunakan saat pengujian dengan difraktometer. Pada penelitian ini sumber sinar X yang digunakan adalah Co (cobalt) dengan *range* atau rentang panjang gelombang 1.788965-1.792850 Å. Format file parameter instrumen ini adalah \*.prm. Dalam *software* BELLA ini file \*.prm ini hanya bisa digunakan pada data hasil pola difraksi dengan *x-ray powder diffractometer*. Setelah semua file data siap dan beberapa input phase dan parameter lainnya siap selanjutnya kita bisa memulai *refinement* atau penghalusan dengan menggunakan *software* EXPGUI GSAS.

### 3.3.2 *Refinement* Pola Difraksi Sinar X dengan *Software* GSAS

Tujuan dari proses *refinement* atau penghalusan ini adalah untuk mencocokkan atau fitting suatu struktur model dengan data pola difraksi. Pada penelitian ini proses *refinement* ini dilakukan dengan menggunakan *software* EXPGUI-GSAS. Pada *software* EXPGUI-GSAS ini metode *refinement* yang digunakan ada 3 jenis yang dapat dipilih, yaitu, metode Rietveld standar, metode Le Bail standar dan Von Dreele-type Le Bail Fit. Pada penelitian ini digunakan metode Le Bail standar untuk mendapatkan *fitting* struktur yang terbaik.

Metode *refinement* Le Bail telah dijelaskan pada bab II sebelumnya. Metode ini memiliki dasar perhitungan yang hampir sama dengan metode Rietveld. Pada metode Le Bail dan Rietveld menggunakan *fitting* dengan non linear least-square untuk mengoptimasi atau mendapatkan parameter terbaik yang sesuai dengan data XRD eksperimen. *Fitting* dengan metode Le Bail dan Rietveld itu dilakukan dengan meminimalkan fungsi residu (selisih) antara intensitas data eksperimen dengan intensitas perhitungan. Persamaan selisih intensitas dituliskan dalam bentuk persamaan seperti pada persamaan dibawah ini

$$\text{WSS} = \sum_i^n w_i (I_i^{\text{exp}} - I_i^{\text{calc}})^2, \quad w_i = \frac{1}{I_i^{\text{exp}}} \quad (\text{pers. 3.3})$$

Dari persamaan diatas  $I_i^{\text{exp}}$  adalah intensitas difraksi dari hasil eksperimen, sedangkan  $I_i^{\text{calc}}$  adalah intensitas difraksi dari hasil perhitungan. Perhitungan nilai  $I_i^{\text{calc}}$  ini dalam metode Rietveld maupun Le Bail didapat melalui persamaan

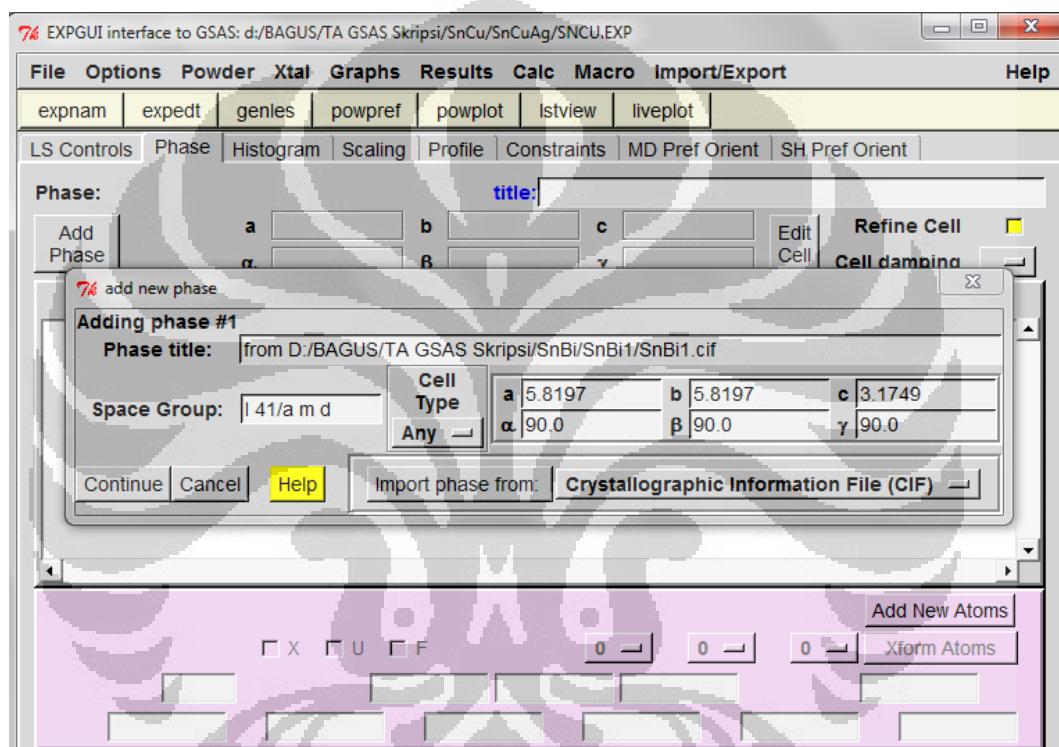
$$I_i^{\text{calc}} = s_F \sum_k L_K |F_K|^2 S (2\theta_i - 2\theta_k) P_k A + bkg_i \quad (\text{pers.3.4})$$

Dari persamaan diatas kita bisa tahu bahwa spektrum pola difraksi dipengaruhi oleh 3 faktor utama, yaitu:

1. Fasa/ *phase* : mencakup struktur kristal, struktur mikro, posisi atom, parameter kisi, ukuran kristal dan lain-lain.
2. Karakteristik geometri instrumen: panjang gelombang sinar X yang digunakan, polarisasi Lorentz, resolusi intensitas *background*, penyimpangan (*abberation*) dan lain-lain,
3. Sampel: posisi, bentuk, dimensi dan arah sampel (*preferred orientation*)

Dalam *software* GSAS persamaan di atas itu digunakan untuk membuat perhitungan model intensitas pola difraksi. Setelah itu membandingkannya dengan pola difraksi hasil eksperimen yang hasilnya bisa dilihat melalui grafik ataupun besaran  $\chi^2$ . Nilai  $\chi^2$  ini menandakan apakah hasil *fitting* kita sudah baik atau belum. Seperti apa yang telah dijelaskan pada Bab 2 sebelumnya bahwa kriteria fit yang baik dapat dilihat dari nilai  $\chi^2$ , Rwp dan Rp. Semakin kecil nilai  $\chi^2$  maka proses *fitting* yang dilakukan semakin baik. Nilai  $\chi^2$  ini juga sebaiknya tidak terlalu kecil atau jauh di bawah 1 atau nol, karena jika nilai  $\chi^2 = 0$  maka bisa dikatakan bahwa *fitting* yang kita lakukan salah. Terlepas dari nilai-nilai itu penentuan apakah *fitting* itu baik atau tidak kita bisa melihatnya melalui plot *fitting* tersebut terhadap data observasi. Pada *software* GSAS plot itu bisa dilihat dengan menggunakan *tool liveplot*. Dari hasil yang ditunjukkan *liveplot* itu bisa lihat apakah *fitting* yang dilakukan itu sudah baik atau belum. Penentuan sudah baik atau tidaknya adalah melalui pengamatan pada grafik tersebut.

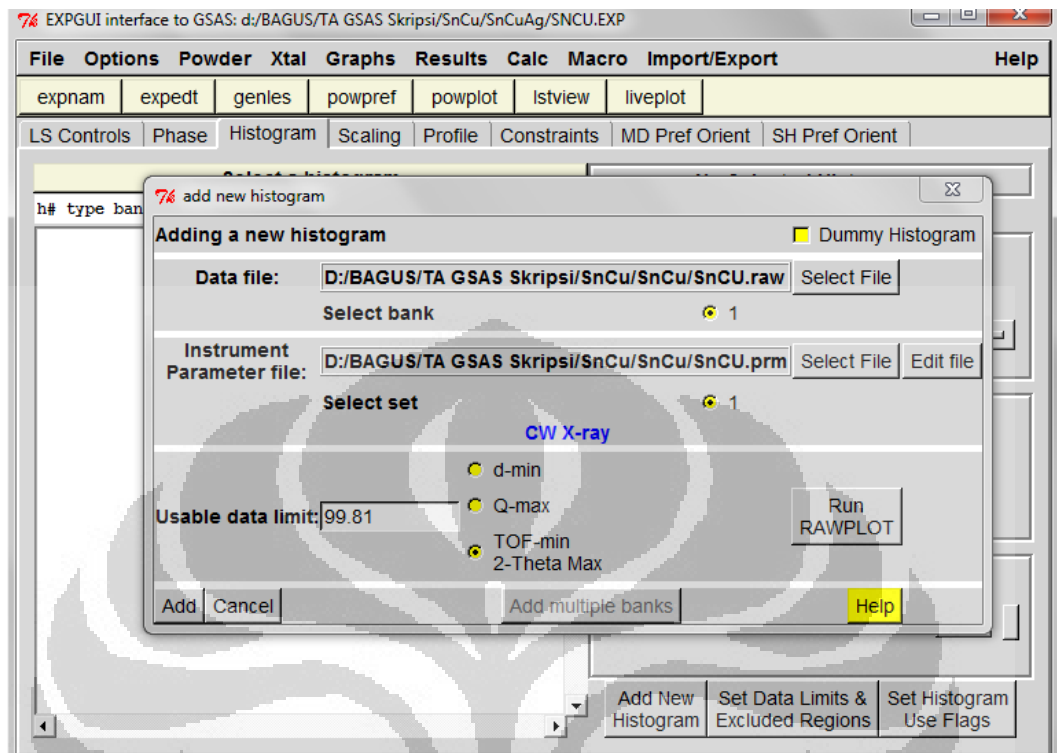
Proses *refinement* dengan metode Le Bail pada *software* GSAS ini diawali dengan membuat file eksperimen pada suatu direktori tertentu. Kemudian setelah file eksperimen dibuat dilakukan input phase seperti yang diperlihatkan pada gambar 3.5. *Input phase* ini berupa input parameter kisi, *space group*, dan posisi atom model yang akan digunakan di dalam perhitungan. Kesemua informasi tentang fasa itu kita bisa dapat dari hasil matching dengan database sebelumnya. Untuk input phase ini kita bisa gunakan file berformat CIF (cystallographic information file).



Gambar 3.6 Input fase untuk material SnCu murni. Semua parameternya didapat dari hasil matching dengan database

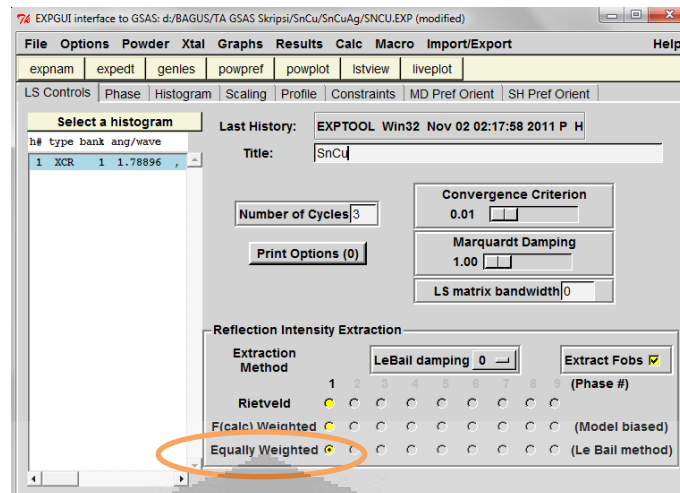
Setelah melakukan input fase dilanjutkan dengan input posisi dan jenis atom. Jika kita menggunakan file CIF maka biasanya sudah termasuk di dalamnya informasi mengenai posisi atom. Setelah itu dilanjutkan dengan kita menginput raw data pada tab Histogram (lihat Gambar 3.6). Raw data yang digunakan ini adalah raw data hasil dari pengujian XRD yang telah diubah formatnya dari .RD menjadi .raw. pada input raw data ini kita juga masukan file instrumen yang berisi tentang

informasi panjang gelombang sinar x yang digunakan. File parameter instrumen ini berformat .prm.



Gambar 3.7 Input raw data pada histogram.

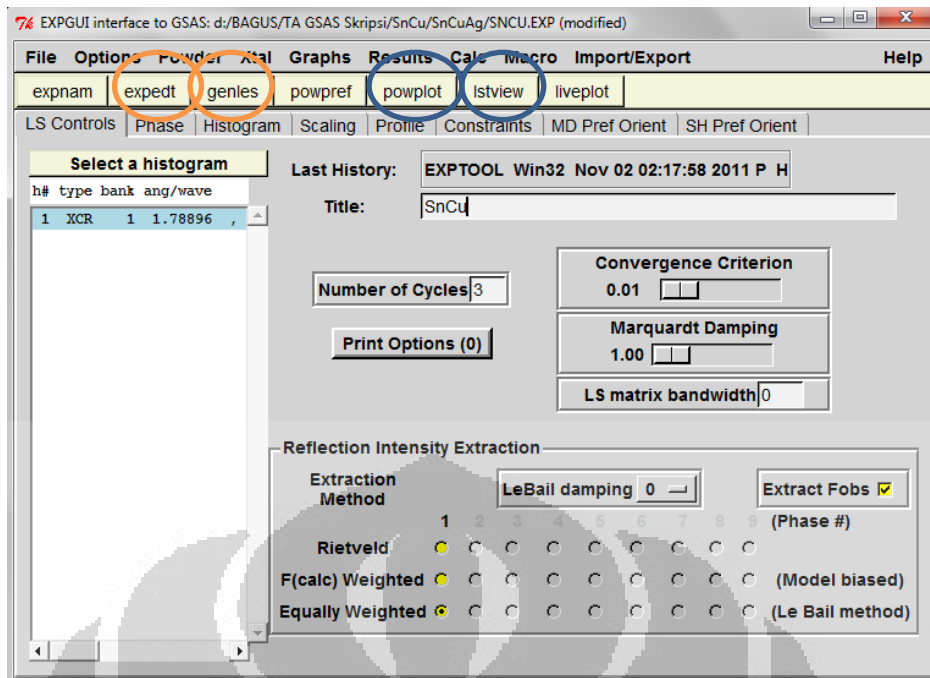
Setelah kita *input histogram* yang berisi *raw data* dan file instrumen selanjutnya kita cek ke bagian LS control (lihat gambar 3.7). Pada bagian ini kita bisa tentukan berapa *cycle* proses least square yang dilakukan dalam sekali perhitungan (*genles*). Selain itu pada bagian kita bisa memilih jenis metode *refinement* yang digunakan. Ada 3 metode *refinement* yang dapat dipilih. Pada penelitian ini kami menggunakan metode Le Bail sebagai metode *refinement*.



**Gambar 3.8** Least square control pada EXPGUI GSAS. Kita bisa memilih 3 metode least-square yang digunakan. Pada penelitian ini digunakan metode Le Bail.

Setelah kita selesai melakukan input fase beserta posisi atom pada sel satuan, lalu input *raw data* dan file instrumen pada histogram serta memilih jenis metode *refinement* yang kita akan gunakan. Selanjutnya kita bisa mulai untuk menjalankan perhitungan least square pada data XRD yang kita punya. Pertama kita jalankan POWPREF (*powder preparation*) dan selanjutnya kita lakukan GENLES (*general least square*) seperti yang diperlihatkan oleh gambar 3.8, 3.9 dan 3.10





Gambar 3.9 Program POWPREF dan GENLES dijalankan setelah input fasa, raw data dan file instrumen serta jenis metode *refinement* telah diisi.

Setelah melakukan POWPREF dan GENLES hasil plot perhitungan dibandingkan dengan data XRD hasil eksperimen bisa kita lihat pada fitur LIVEPLOT (lihat gambar 3.11). Pada fitur LIVEPLOT ini kita bisa melihat seberapa jauh perbedaan hasil perhitungan model menggunakan metode *refinement* yang kita pilih dengan data hasil eksperimen yang sebenarnya. Grafik yang ditampilkan pada liveplot juga bisa kita jadikan acuan untuk menentukan parameter mana yang harus di-*refine* atau dioptimasi.

```

C:\Windows\system32\cmd.exe - C:/gsas1/expgui/gasstcl.bat C:\gsas1\exe\powpref.exe SNCU
D:\BAGUS\TA GSAS Skripsi\SnCu\SnCuAg>REM a batch file to a DOS command and pause
D:\BAGUS\TA GSAS Skripsi\SnCu\SnCuAg>if "C:\gsas1" == "" set gsas=c:\gsas
D:\BAGUS\TA GSAS Skripsi\SnCu\SnCuAg>set PGPLOT_FONT=C:\gsas1\pgl\grfont.dat
D:\BAGUS\TA GSAS Skripsi\SnCu\SnCuAg>set SYMOP=C:\gsas1\data\symop.dat
D:\BAGUS\TA GSAS Skripsi\SnCu\SnCuAg>C:\gsas1\exe\powpref.exe SNCU
Histogram no. 1 Bank no. 1 Lambda1,lambda2 = 1.78896 1.79285
Title:
Histogram is not ready to be used in least-squares
Histogram needs to be processed by POWPREF
Header on file:
.
.
STOP POWPREF terminated successfully statement executed
D:\BAGUS\TA GSAS Skripsi\SnCu\SnCuAg>pause
Press any key to continue . . .

```

Gambar 3.10. Hasil dari menjalankan program POWPREF

```

C:\Windows\system32\cmd.exe - C:/gsas1/expgui/gasstcl.bat C:\gsas1\exe\genles.exe SNCU
CPU times for matrix build 0.11 sec; matrix inversion 0.02 sec
Final variable sum((shift/esd)**2) for cycle 2: 0.40 Time: 0.12 sec
Restraint data statistics:
No restraints used
Powder data statistics Fitted -Bknd Average
Bank Mdata Sum(w*d**2) wRp Rp wRp Rp Dwd Integral
Hstgm 1 PXC 1 3991 35618. 0.5925 0.4688 0.8835 0.7287 0.100 1.000
Powder totals 3991 35618. 0.5925 0.4688 0.8835 0.7287 0.100
Cycle 3 There were 3991 observations.
Total before-cycle CHI**2 (offset/sig) = 3.5618E+04 ( 3.5422E+02)
Reduced CHI**2 = 8.933 for 4 variables
1 Columns of the 4 Column matrix are 0.0
CPU times for matrix build 0.08 sec; matrix inversion 0.00 sec
Final variable sum((shift/esd)**2) for cycle 3: 0.09 Time: 0.08 sec
STOP GENLES terminated successfully statement executed
D:\BAGUS\TA GSAS Skripsi\SnCu\SnCuAg>pause
Press any key to continue . . .

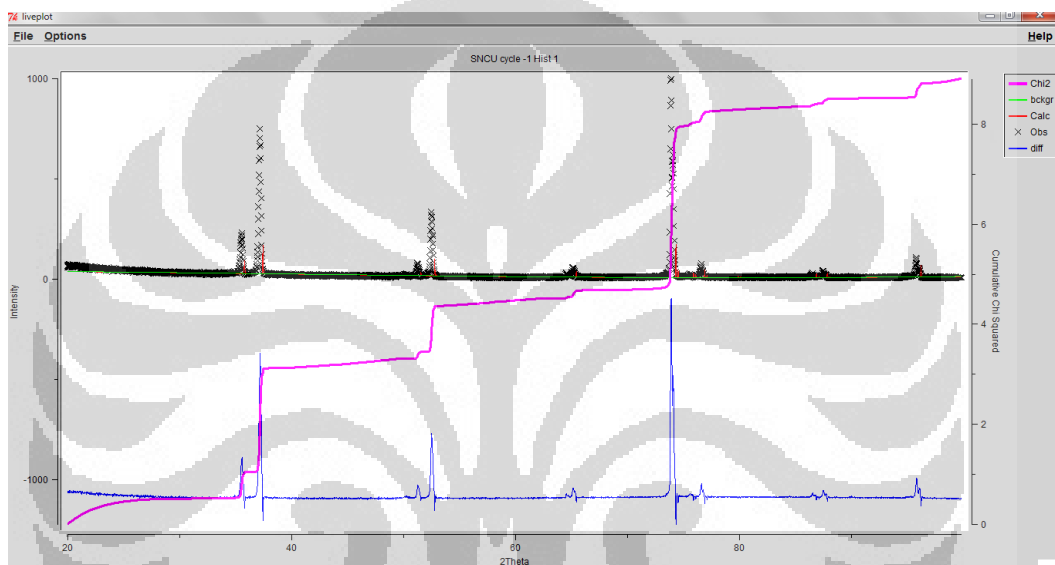
```

Gambar 3.11. Hasil perhitungan Least square dengan program GENLES.

Setelah melihat hasil perhitungan *least square* (GENLES) dan tampilan LIVEPLOT selanjutnya kita bisa mulai untuk melakukan *refinement* pada parameter-parameter yang sesuai. Parameter yang utama bisa kita *refine* pada *refinement* dengan GSAS ini adalah:

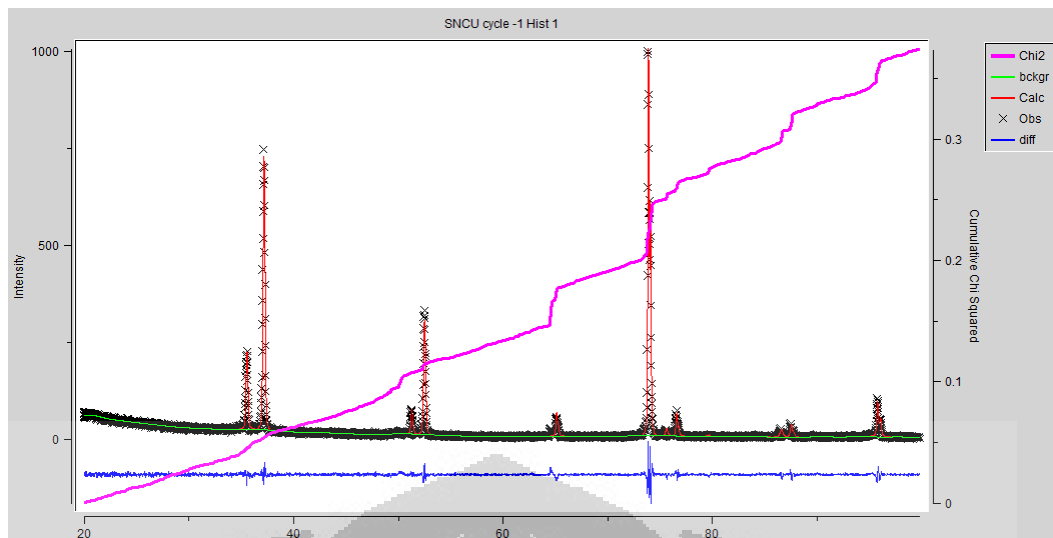
1. *Refine zero* dan *refine background* pada bagian histogram
2. *Refine cell* (parameter-parameter sel satuan) pada bagian *Phase*

3. *Refine* faktor skala (*scale factor*) pada bagian *scaling*. Penghalusan atau optimasi faktor skala ini harus dilakukan. Selain itu juga bisa *refine* fraksi fase jika menggunakan lebih dari satu *input* fase.
4. *Refine* profile struktur pada bagian profile. *Refine* profil fase struktur ini juga sangat penting karena menyangkut fungsi dari kurva intensitas. Biasanya profil struktur ini juga yang menentukan baik atau tidaknya hasil *refinement* yang dilakukan.

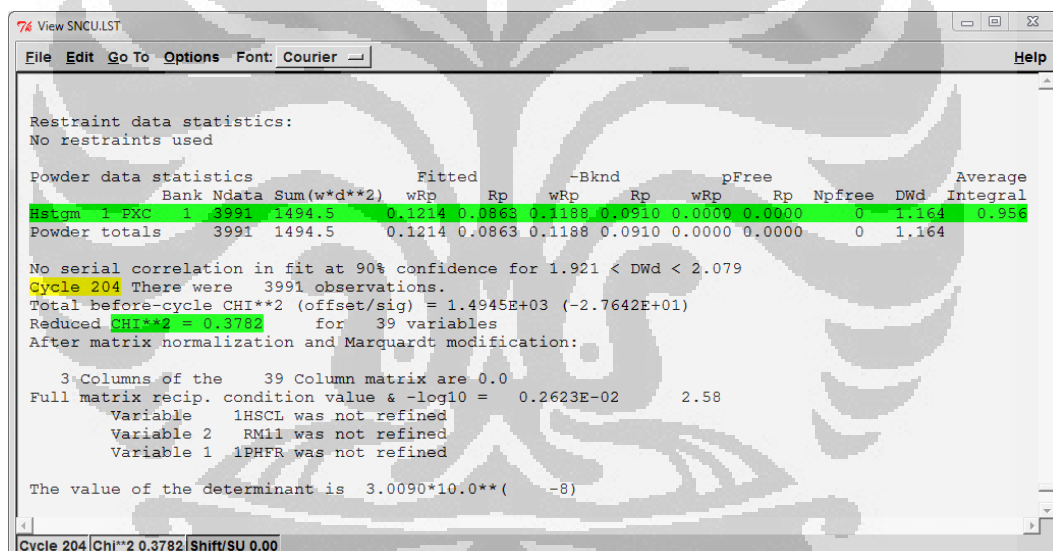


**Gambar 3.12.** Liveplot setelah melakukan perhitungan least square (GENLES) pada model.

Setelah kita melakukan *refinement* dengan tepat kita bisa mendapatkan plot atau kurva yang baik pada *liveplot* yang kita punya (Gambar 3.12). Selain kita juga bisa melihat hasil perhitungan  $\chi^2$ , Rp dan Rwp yang menandakan seberapa baik proses *refinement* atau *fitting* yang telah kita lakukan melalui fitur LSTVIEW (gambar 3.13). Pada fitur LSTVIEW ini selain juga menampilkan informasi tentang  $\chi^2$ , Rp dan Rwp juga menampilkan informasi mengenai volume dan densitas fasa pada material tersebut. Juga pada LSTVIEW ini memberikan informasi berapa variabel yang mengalami *refinement* hingga berapa jumlah *cycle* total perhitungan *leastsquare* yang dilakukan.



Gambar 3.13. Liveplot yang ditampilkan melalui proses *refinement* yang baik (pada bahan SnCu).



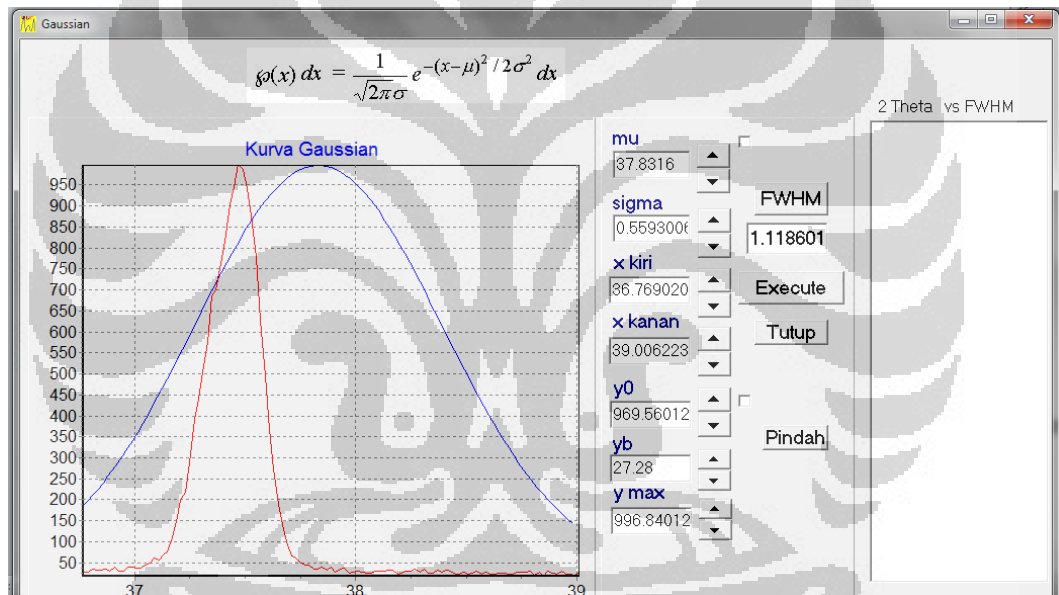
Gambar 3.14. Tampilan fitur Listview setelah mendapatkan hasil *refinement* yang cukup baik (pada bahan SnCu)

### 3.4 Penentuan Ukuran Kristal dan Mikrostrain.

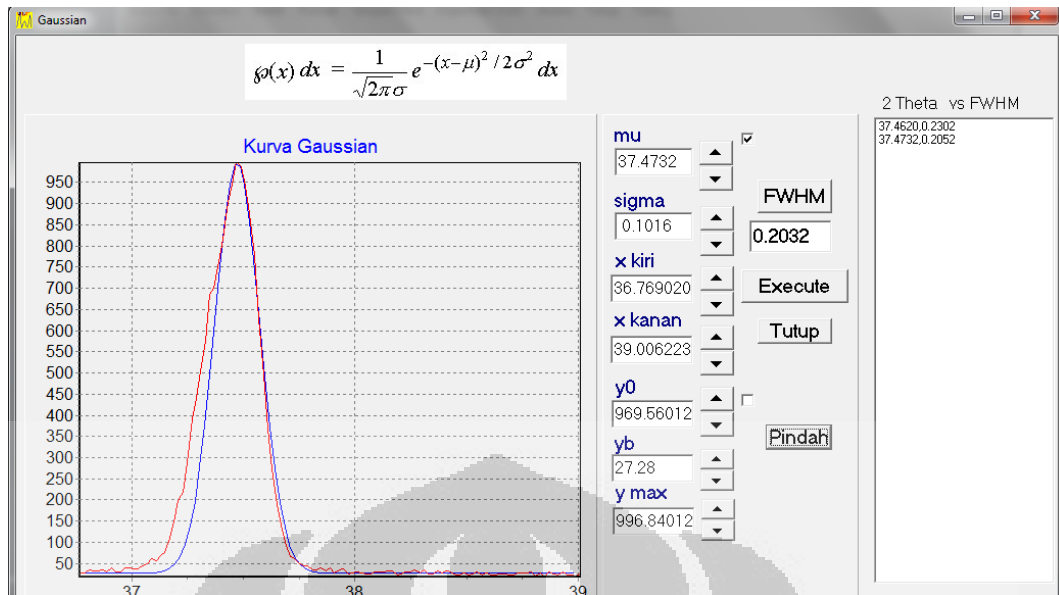
Penentuan ukuran kristal dan mikrostrain dalam pengolahan data XRD yang dilakukan pada penelitian ini adalah dengan menggunakan metode Debye-Scherrer yang telah dimodifikasi dengan memperhatikan pengaruh dari mikrostrain sehingga persamaan yang digunakan seperti pada persamaan 2. Pada persamaan itu kita membutuhkan nilai FWHM (full width half maksimum) dari setiap puncak kurva pola difraksi.

Penentuan FWHM pada penelitian ini menggunakan *software* Bella V2.22. Pada *software* Bella V2.22 ini kurva puncak difraksi yang akan dihitung nilai FWHM-nya akan difit dahulu dengan menggunakan pendekatan kurva Gaussian. Dengan permodelan kurva itulah baru kemudian kita bisa menentukan nilai FWHM kurva tersebut.

Contoh yang diberikan misalnya pada gambar 3.14, dimana kita akan menentukan salah satu kurva pola difraksi dari material Sn-Cu-Bi. Tahap pertama adalah memilih puncak kurva yang akan dihitung nilai FWHMnya (gambar 3.14) kemudian setelah itu kita atur parameter ( $\mu$ , sigma dan  $y_0$ ) hingga fit atau pas seperti yang ditunjukkan gambar 3.15



**Gambar 3.15** Pemilihan puncak pola difraksi untuk mengetahui nilai FWHM kurva tersebut. Pendekatan kurva yang dipakai adalah fungsi atau kurva Gaussian. Kurva yang digunakan adalah salah satu puncak dari hasil XRD material Sn-Cu-Bi



**Gambar 3.16.** Hasil fit pada kurva yang dipilih memberikan nilai FWHM.

Setelah penentuan nilai FWHM masing-masing puncak pada hasil XRD suatu material serta menentukan sudut puncak pada masing-masing puncak selanjutnya kita bisa mendapatkan nilai *microstrain* dan ukuran kristal berdasar pada perhitungan sesuai dengan persamaan 3.2.

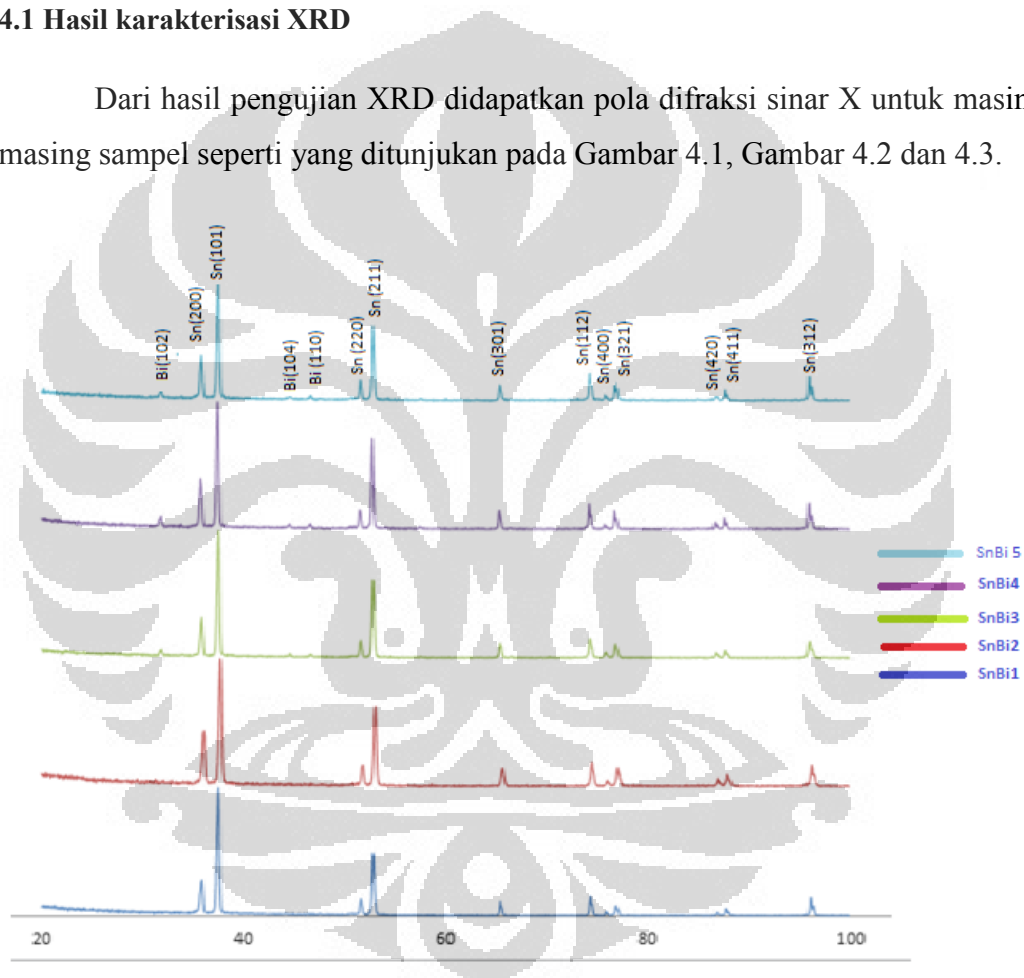
## BAB IV

### HASIL DAN PEMBAHASAN

Hasil karakterisasi XRD sampel SnCu dan SnCuBi berserta dengan hasil *refinement* dengan *software* GSAS akan dibahas pada ini. Pada bab ini juga akan dibahas hasil dari penentuan ukuran kristal dan *microstrain* pada setiap sampel.

#### 4.1 Hasil karakterisasi XRD

Dari hasil pengujian XRD didapatkan pola difraksi sinar X untuk masing-masing sampel seperti yang ditunjukkan pada Gambar 4.1, Gambar 4.2 dan 4.3.

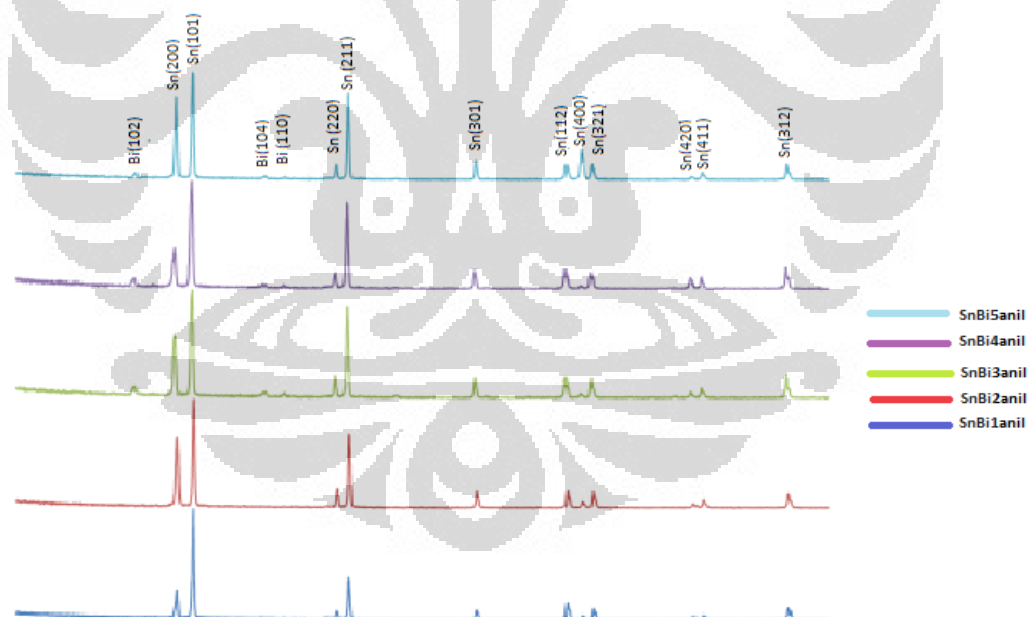


Gambar 4.1 Hasil XRD material SnCuBi dengan variasi penambahan Bi.

Pada gambar 4.1 menunjukkan hasil uji XRD pada bahan SnCuBi. Pada gambar 4.1 itu terlihat bahwa adanya perubahan yang cukup signifikan pada grafik SnCuBi pada komposisi 3, 4 dan 5 dibanding pada grafik pada komposisi

ke 1 dan 2. Mulai grafik komposisi ke 3 terdapat tiga puncak baru. Tiga puncak baru itu memenuhi bidang  $hkl$  (102), (104) dan (110). Pada 2 grafik komposisi sebelumnya ketiga puncak baru itu tidak terlihat. Kehadiran 3 puncak baru ini diiringi dengan bertambahnya persen berat Bi di dalam paduan. Pada 2 grafik komposisi sebelumnya % berat SnBi yang digunakan itu kurang dari 3 %. Pada komposisi 3 hingga 5 % berat SnBi meningkat dari sekitar 6.5% hingga 11.8% sehingga keberadaan fasa Bi bisa cukup diperhitungkan.

Pada gambar 4.2 diperlihatkan hasil XRD paduan SnCuBi yang telah mengalami proses *annealing*. Proses *annealing* yang dilakukan pada setiap komposisi paduan dan dilakukan pada suhu  $200\text{ }^{\circ}\text{C}$  selama 1 jam. Grafik hasil XRD paduan yang telah mengalami proses *annealing* ini digunakan sebagai bahan sampel standar atau koreksi pada saat penentuan ukuran kristal dan *microstrain* paduan SnCuBi yang digunakan.

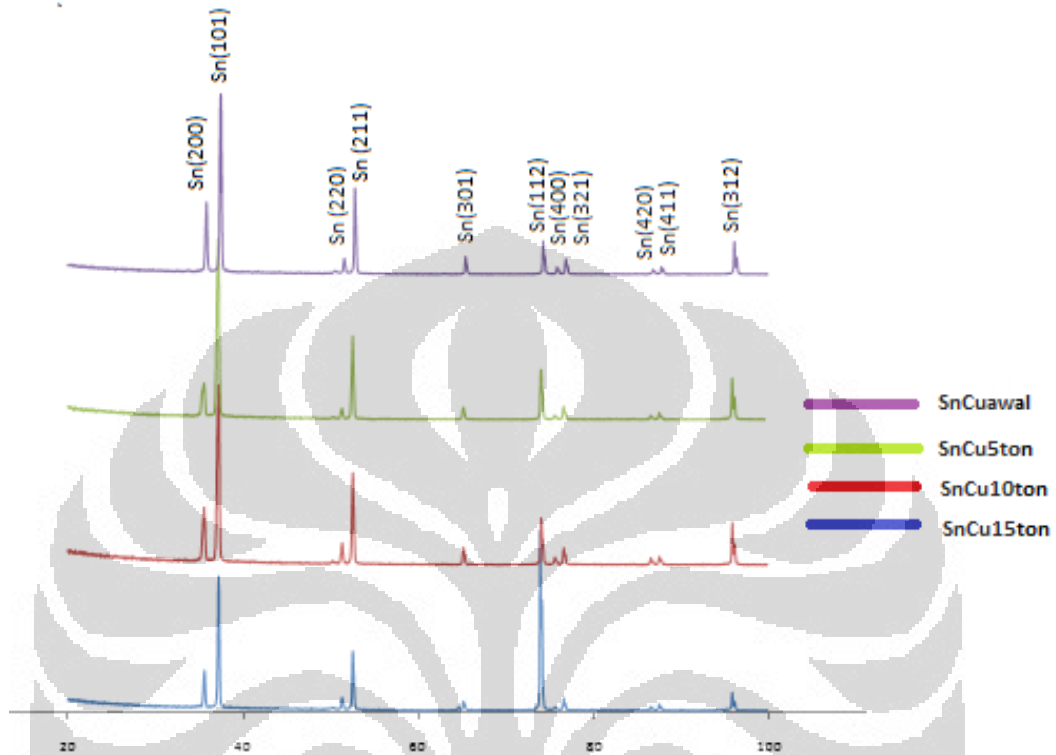


Gambar 4.2 Hasil uji XRD pada SnCuBi yang telah mengalami proses *annealing* selama 1 jam dengan suhu  $200\text{ }^{\circ}\text{C}$

Pada gambar 4.3 ditunjukkan hasil uji XRD paduan material SnCu yang diberikan variasi tekanan. Dari grafik pola difraksi yang dihasilkan secara sekilas tidak ada perbedaan yang signifikan seperti timbulnya puncak fasa baru. Untuk



lebih akuratnya apakah ada perubahan yang terjadi karena efek pemberian tekanan terhadap parameter-parameter material tersebut hasilnya bisa dilihat pada bagian hasil *refinement* GSAS dan penentuan ukuran kristal.



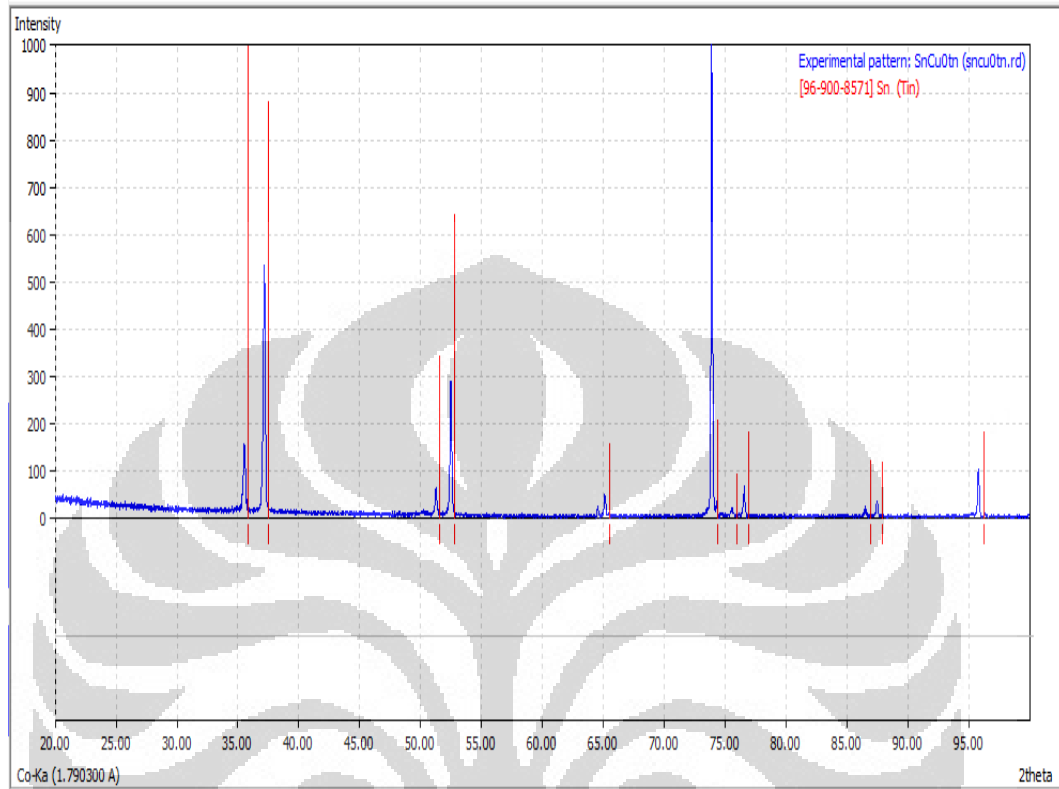
Gambar 4.3 Hasil uji XRD bahan SnCu eutektik yang diberi variasi tekanan.

## 4.2 Hasil *Refinement* atau penghalusan dengan EXPGUI GSAS.

### 4.2.1 Hasil EXPGUI GSAS untuk bahan SnCu

Dari hasil *matching* dengan menggunakan *software* MATCH untuk menentukan terdiri dari fasa apa saja hasil data XRD bahan SnCu yang digunakan didapat bahwa *trend* atau pola difraksi untuk XRD SnCu itu memiliki kemiripan dengan fasa material Sn. Seperti yang diperlihatkan Gambar 4.4 fasa Sn yang cocok dengan data XRD material SnCu yang digunakan adalah fasa tetragonal dengan *space group* I 41/ a m d. Hasil *matching* ini menunjukkan bahwa material ini sesuai dengan diagram fasa Sn-Cu. Pada diagram fasa Sn-Cu material pada komposisi 99.3Sn-0.7Cu ini hanya memiliki 1 fasa yaitu fasa Sn dengan struktur

kristal tetragonal. Hasil *matching* dengan database dan analisa diagram fasa pada komposisi material SnCu yang digunakan ini memiliki kesesuaian yaitu memiliki fasa Sn.



**Gambar 4.4** Hasil *matching* data XRD dengan database. Disini ditampilkan data XRD SnCu yang belum mengalami perlakuan tekanan.

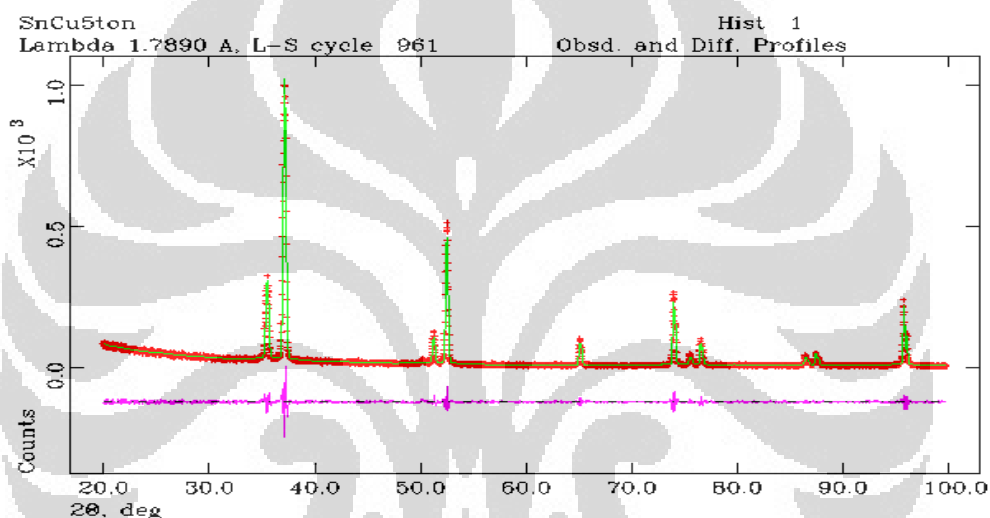
Data hasil tersebut yang nantinya digunakan untuk penghalusan atau *refinement* dengan *software* GSAS dengan metode *refinement* yang digunakan adalah metode Le Bail. *Refinement* ini dilakukan untuk mengetahui parameter kisi material yang digunakan. Pada penelitian ini *refinement* dilakukan untuk melihat perubahan parameter kisi akibat pengaruh pemberian tekanan yang bervariasi pada sampel. berikut adalah tabel parameter hasil *refinement* pada data XRD material SnCu, SnCu0ton, SnCu5ton, SnCu10ton dan SnCu15ton.

**Tabel 4.1** Hasil *refinement* dengan menggunakan metode Le Bail melalui *software* GSAS pada sampel SnCu

cell parameter (tetragonal I 41/a m d)	SnCu			
	0 ton	5 ton	10 ton	15 ton
a (nm)	5.8196	5.8231	5.8238	5.8252
b (nm)	5.8196	5.8231	5.8238	5.8252

c (nm)	3.1816	3.1768	3.1744	3.1782
V (nm <sup>3</sup> )	107.7536	107.7205	107.665	107.8457
Rp	0.0863	0.0933	0.1035	0.0955
Rwp	0.1214	0.1209	0.1355	0.128
$\chi^2$	0.3782	0.4588	0.5255	0.4025
Densitas (gr/m <sup>3</sup> )	14.632	14.637	14.645	14.620

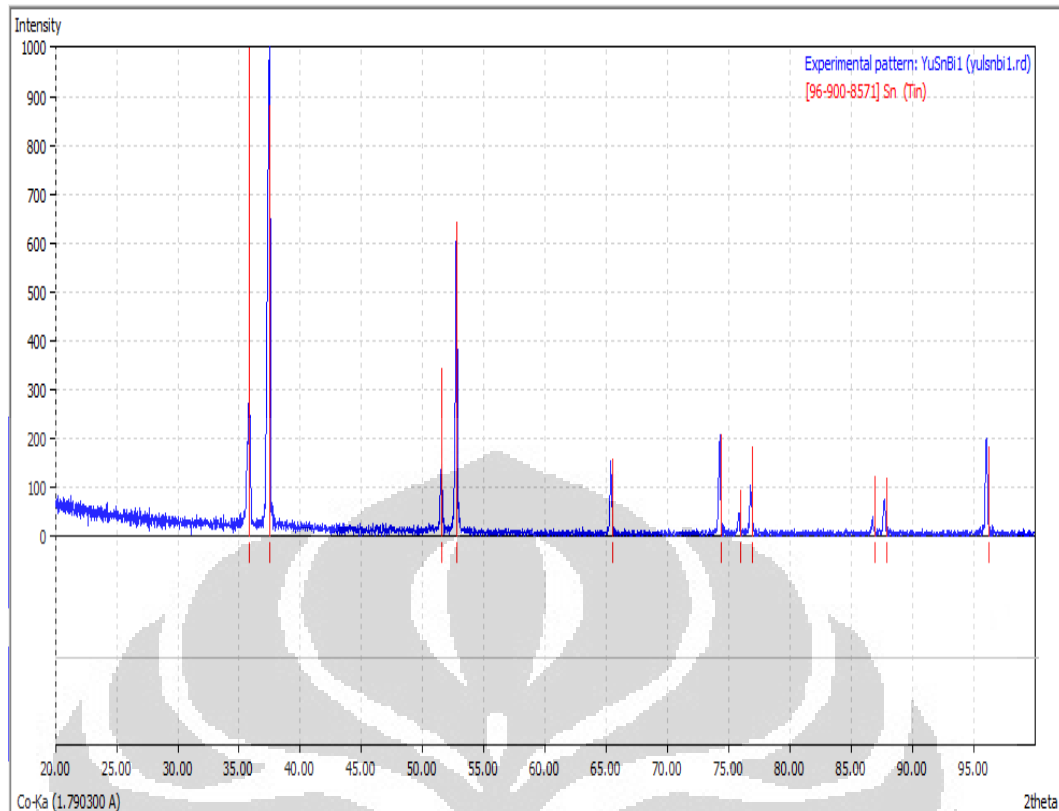
Dari hasil *refinement* yang dilakukan terlihat bahwa parameter kisi kristal pada material SnCu berubah seiring dengan diberikannya perlakuan tekanan pada material tersebut. Perubahan parameter kisi yang terjadi memang tidak signifikan tetapi tetap ada perubahan parameter kisi.



Gambar 4.5 Hasil *refinement* dengan GSAS data XRD SnCu5ton. Grafik hijau menunjukkan hasil perhitungan sedangkan yang berwarna ungu menunjukkan perbedaan hasil perhitungan dengan data asli.

#### 4.2.2 Hasil EXPGUI GSAS untuk Bahan SnCuBi

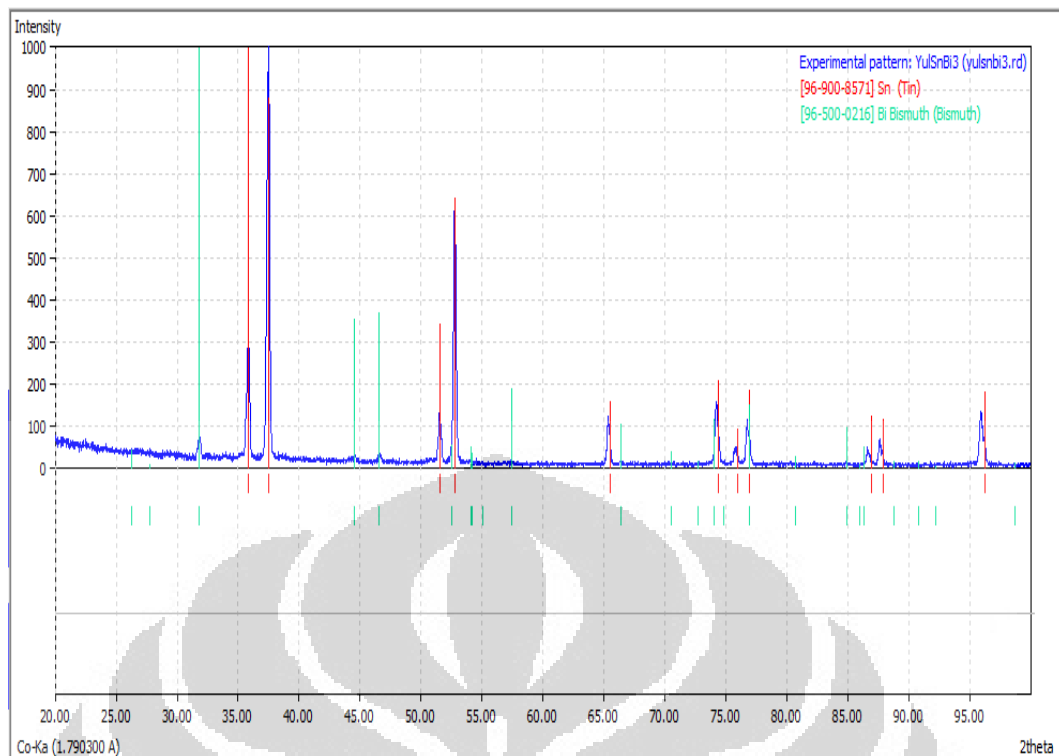
Sebelum melakukan proses *refinement* dengan menggunakan GSAS data XRD hasil pengujian dicocokkan dahulu dengan *database*. Dari hasil *matching* dengan *database* dengan *software* MATCH, data XRD material SnCuBi pada komposisi 1 dan 2 memiliki kemiripan fasa dengan data pola difraksi material Sn pada *database* seperti yang diperlihatkan pada gambar 4.5. Fasa Sn yang sesuai itu memiliki sistem kristal *tetragonal* dengan *space group* I 41/ a m d.



**Gambar 4.6** Hasil *matching* material SnCuBi komposisi 1 dengan database. Terlihat bahwa fasa yang sesuai adalah fasa Sn (tetragonal I 41/ a m d)

Pada SnCuBi komposisi 3, 4 dan 5 setelah melakukan proses *matching* seperti yang diperlihatkan pada gambar 4.6 ternyata memiliki 2 fasa. Fasa yang cocok untuk ketiga komposisi itu adalah Sn (tetragonal I 41/ a m d) dan fasa Bi (rhombohedral R -3 m). Sebenarnya fasa Bi yang cocok bisa memiliki sistem kristal *rhombohedral* atau *hexagonal* tetapi setelah melakukan pengolahan dengan *software* GSAS ternyata *space group* dan sistem kristal yang sesuai adalah *rhombohedral*

Dari hasil XRD dan *matching* dengan database menunjukkan bahwa pada komposisi 1 dan komposisi 2 material SnCuBi membentuk paduan. Membentuk paduan karena memiliki 1 fasa, yaitu fasa Sn dengan sistem kristal tetragonal. Untuk komposisi 3, komposisi 4 dan komposisi 5 material SnCuBi ini memiliki 2 fasa, yaitu fasa Sn dan fasa Bi. Jika disesuaikan maka SnCuBi pada komposisi 3-5 ini bisa dikatakan memiliki sistem mirip dengan diagram fasa paduan Sn-Bi.



**Gambar 4.7** Hasil matching material SnCuBi pada komposisi 5. Hasil matching menunjukkan bahwa pada komposisi itu terdapat 2 fasa yang membentuk material tersebut yaitu Sn (tetragonal) dan Bi (rhombohedral).

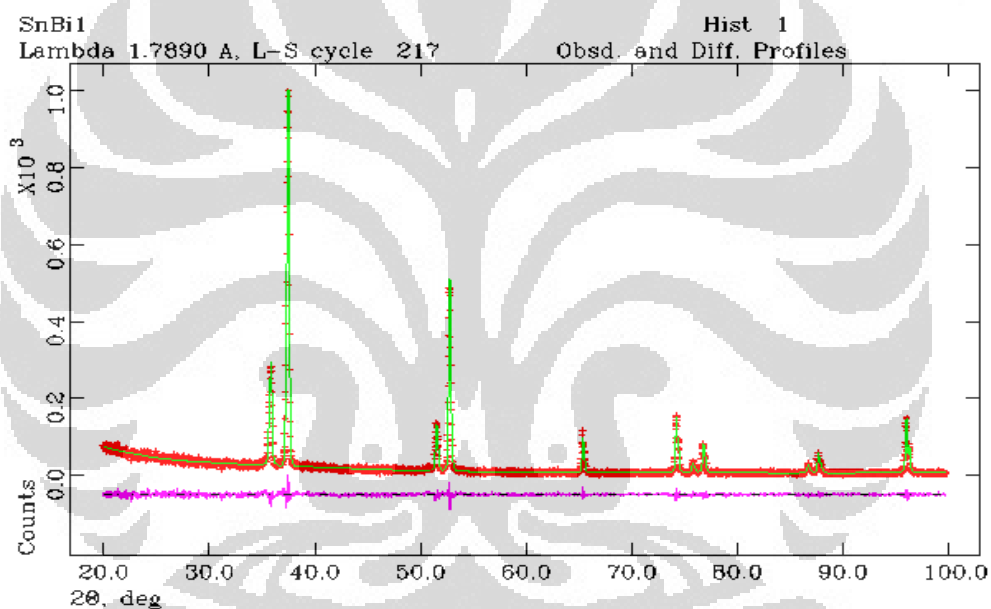
Hasil *refinement* dengan menggunakan *software* GSAS untuk mengetahui parameter kisi tiap fasa pada masing-masing komposisi material SnCuBi, dapat dilihat pada tabel 4.2. dan 4.3 Pada gambar 4.8 dan 4.9 menunjukkan hasil *refinement* pada komposisi SnCuBi ke 1 dan SnCuBi ke 3.

**Tabel 4.2** Tabel parameter kisi pada fasa Sn (tetragonal I 41/ a m d) untuk setiap komposisi SnCuBi yang digunakan.

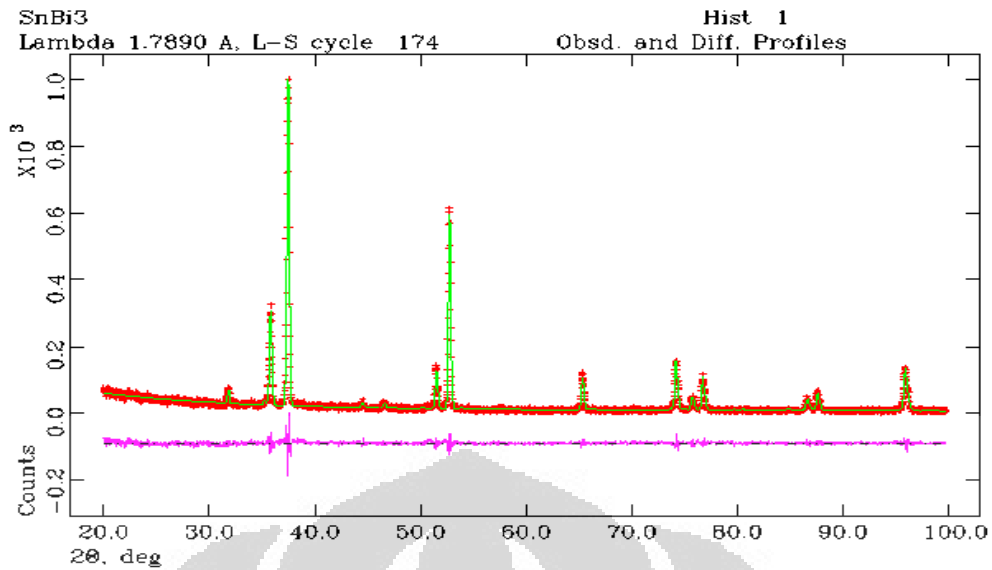
<i>cell parameter</i>	SnCuBi				
	SnBi1	SnBi2	SnBi3	SnBi4	SnBi5
a (nm)	5.8415	5.8407	5.8358	5.8375	5.8374
b (nm)	5.8415	5.8407	5.8358	5.8375	5.8374
c (nm)	3.1869	3.1851	3.1828	3.1832	3.1838
V (nm <sup>3</sup> )	106.7897	108.4054	108.3952	108.472	108.4887
Rp	0.1115	0.1000	0.1307	0.1192	0.1247
Rwp	0.1509	0.1455	0.1702	0.1595	0.1567
$\chi^2$	0.4359	0.7095	1.323	1.062	0.8795
Densitas (gr/m <sup>3</sup> )	14.498	14.510	14.537	14.543	14.523

Tabel 4.3 Tabel parameter kisi pada fasa Bi (rhombohedral R-3 m) untuk setiap komposisi SnCuBi yang digunakan

cell parameter	SnCuBi				
	SnBi1	SnBi2	SnBi3	SnBi4	SnBi5
a (nm)	-	-	4.5374	4.5468	4.5470
b (nm)	-	-	4.5374	4.5468	4.5470
c (nm)	-	-	11.8392	11.7542	11.7738
V (nm <sup>3</sup> )	-	-	243.3728	242.9247	244.225
Rp	-	-	0.1307	0.1192	0.1247
Rwp	-	-	0.1702	0.1595	0.1567
$\chi^2$	-	-	1.323	1.062	0.8795
Densitas (gr/m <sup>3</sup> )			4.932	4.947	4.938



Gambar 4. 8 Gambar ini menunjukkan hasil *refinement* dari *software* GSAS pada komposisi 1 material SnCuBi. Grafik hijau menunjukkan hasil perhitungan sedangkan warna merah menunjukkan grafik data hasil pengujian XRD dan warna ungu menunjukkan perbedaan kurva kedua grafik tersebut.



Gambar 4.9 Gambar perbandingan hasil perhitungan dengan GSAS dengan data XRD eksperimen. Grafik hijau menunjukkan hasil *refinement* dan grafik merah menunjukkan data hasil uji XRD sedangkan grafik warna ungu menunjukkan perbedaan antara perhitungan dan data asli hasil pengujian.

#### 4.3 Hasil Perhitungan Ukuran Kristal dan *Microstrain*

Dari data XRD yang kita punyai kita bisa menentukan ukuran kristal dan *mikrostrain* material itu dengan menggunakan persamaan Williamson-Hall seperti yang ditunjukkan di Bab 2 dan Bab 3. Untuk mengetahui ukuran kristal tersebut yang kita butuhkan adalah nilai FWHM setiap puncak kurva pola difraksi. Bentuk persamaan untuk menghitung ukuran kristal dan *microstrain* ini dianggap sebagai suatu bentuk regresi linear, dimana *slope* atau kemiringan garis linear itu merupakan nilai atau efek *microstrain* yang diterima sampel sedangkan perpotongan garis linear itu dengan sumbu x atau y dianggap sebagai efek dari ukuran kristal.

Pada tabel 4.4 dan 4.5 menunjukkan nilai ukuran kristal masing-masing sampel yang digunakan. Pada perhitungan ukuran kristal dan *microstrain* FWHM dari tiap sampel dikurangi nilai FWHM sampel yang telah mengalami proses *annealing*.

Tabel 4.4 Tabel ukuran kristal beserta *microstrain* paduan material Sn-Cu-Bi

Material	Fasa Sn (tetragonal)		Fasa Bi (rhombohedral)	
	ukuran kristal (L) (nm)	<i>microstrain</i> ( $\eta$ )	ukuran kristal (L) (nm)	<i>microstrain</i> ( $\eta$ )
SnCuBi1	27	0.0096	-	-
SnCuBi2	57	0.0012	-	-
SnCuBi3	33	0.0073	48	0.0019
SnCuBi4	25	0.0078	39	0.0035
SnCuBi5	73	0.0022	39	0.0029

Tabel 4.5 Tabel ukuran kristal dari paduan material Sn-Cu yang diberi tekanan

Material	Fasa Sn	
	ukuran kristal (L) (nm)	<i>microstrain</i> ( $\eta$ )
SnCu0ton	17	0.034
SnCu5ton	39	0.0014
SnCu10ton	29	0.0028
SnCu15ton	25	0.0068

## 4.4 Pembahasan

### 4.4.1 Hasil Pengolahan Data XRD Material SnCu

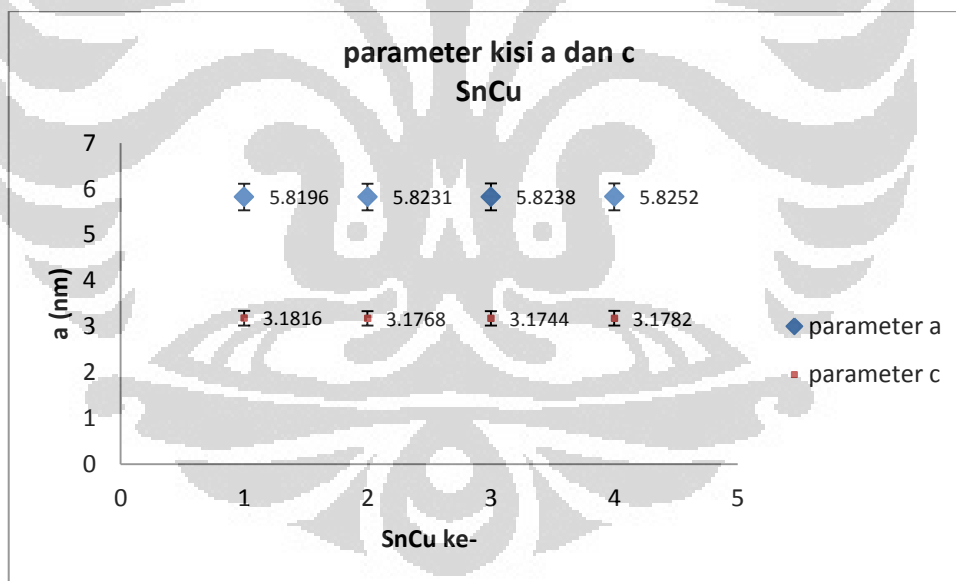
Hasil uji XRD sampel material SnCu untuk masing-masing variasi tekanan ditunjukkan oleh gambar 4.3. Hasil uji XRD setiap sampel dianalisa dengan menggunakan software Match dan EXPGUI GSAS untuk mengetahui fasa dan parameter kisi setiap sampel. Selain itu, ukuran kristal dan regangan mikro juga dihitung dari data XRD tiap sampel untuk tiap variasi tekanan.

Hasil *refinement* dengan GSAS menunjukkan bahwa parameter kisi fasa Sn (*body centered tetragonal*) pada material SnCu mengalami perubahan seiring dengan bertambahnya tekanan yang diberikan. Gambar 4.9 menunjukkan perubahan parameter kisi a dan c pada fasa Sn dalam material SnCu. Dari gambar



itu kita melihat bahwa semakin diberikan tekanan parameter kisi a itu semakin membesar walaupun besarnya tidak signifikan. Sedangkan untuk parameter c memiliki kecenderungan untuk makin kecil kecuali untuk SnCu yang diberi tekanan 15 ton.

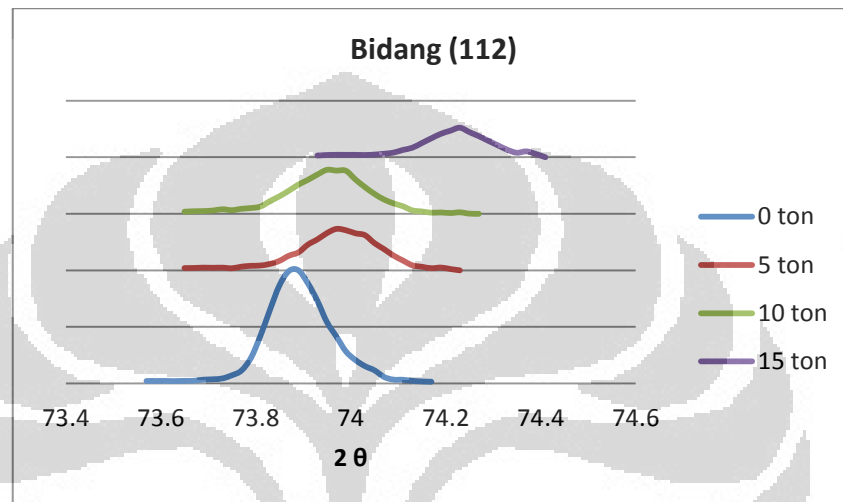
Perubahan pada parameter kisi itu nantinya akan berpengaruh pada perubahan volume dan densitas sel satuan. Perubahan densitas itu cenderung meningkat seiring dengan meningkatnya tekanan yang diberikan kecuali pada tekanan 15 ton. Hal ini dimungkinkan karena pada tekanan yang cukup besar itu (15 ton) terjadi pergeseran atom-atom di dalam kristal sehingga mempengaruhi besarnya parameter kisi secara cukup signifikan. Pergeseran parameter kisi ini bisa menyebabkan peningkatan volume unit sel. Pada tekanan 15 ton volume unit selnya bernilai paling besar (tabel 4.1) sehingga menyebabkan densitasnya mengecil.



**Gambar 4.10** Ploting parameter kisi a dan c terhadap perubahan tekanan pada SnCu. angka 1 pada sumbu X menunjukkan material SnCu murni, angka 2 menunjukkan SnCu yang diberi tekanan 5 ton, angka 3 menunjukkan SnCu yang diberi tekanan 10 ton dan angka 4 untuk SnCu yang dikenai tekanan 15 ton.

Pada Gambar 4.10 perubahan parameter kisi material SnCu ini memang terlihat tidak terlalu signifikan berubah. Perubahan parameter kisi ini terjadi secara umum karena pemberian tekanan menyebabkan pergeseran puncak difraksi

tiap-tiap sampel. Pergeseran pola difraksi ini menyebabkan perubahan d-spacing atau jarak antar bidang dalam kristal. Pergeseran d-spacing secara tidak langsung juga akan mengubah parameter kisi kristal tersebut. Perubahan dan pergeseran puncak difraksi ini contohnya yang paling jelas pada bidang  $hkl(112)$  seperti yang ditunjukkan oleh gambar 4.11.



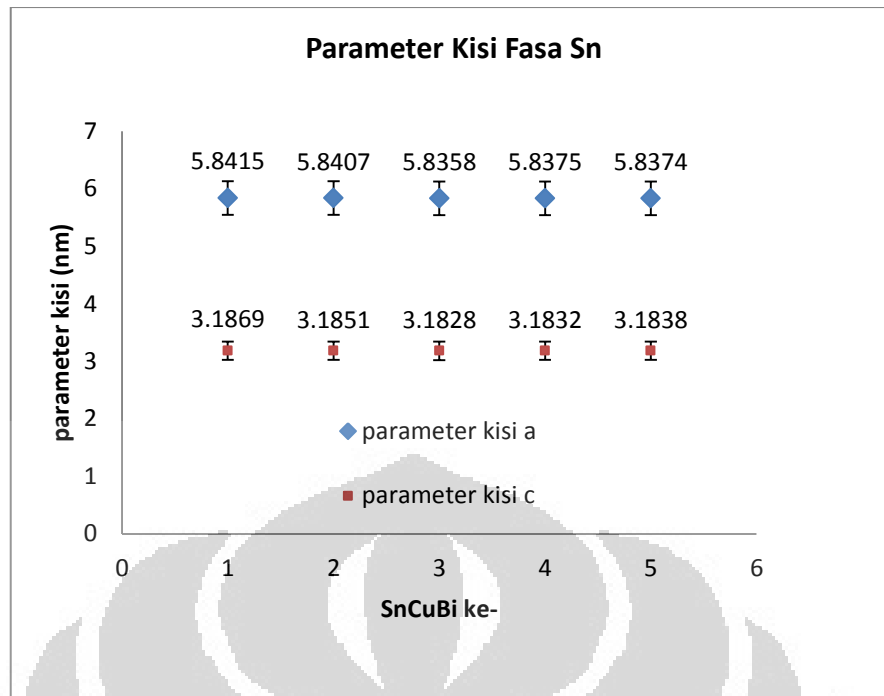
Gambar 4.11 Puncak difraksi bidang  $hkl(112)$ , menunjukkan adanya pergeseran puncak difraksi

Perhitungan ukuran kristal menunjukkan bahwa pemberian tekanan pada sampel memberikan perubahan ukuran kristal dari sampel. perubahan ukuran kristal pada sampel disebabkan karena parameter kisi yang ikut berubah di dalam sampel sehingga mempengaruhi ukuran kristal. Selain itu dari tabel 4.5 menunjukkan bahwa besarnya nilai regangan kisi atau mikrostrain sampel ini meningkat seiring dengan meningkatnya tekanan yang diberikan pada sampel. Regangan kisi tersebut seperti yang ditunjukkan pada gambar 4.11 menyebabkan pergeseran puncak difraksi hasil XRD untuk tiap sampel. sehingga bisa dikatakan pemberian tekanan dapat meningkatkan regangan kisi atau mikrostrain sampel material SnCu.

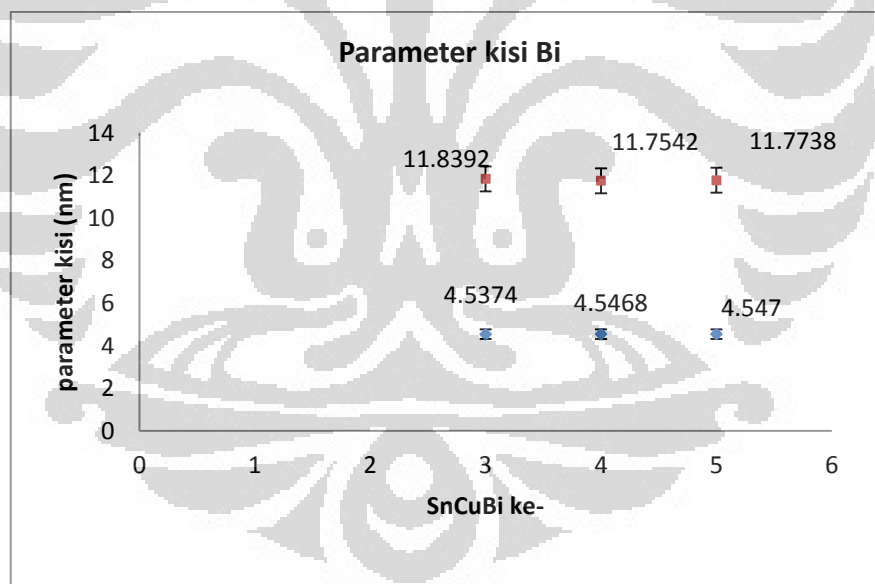
#### 4.4.2 Hasil Pengolahan Data XRD Material SnCuBi

Hasil pengujian XRD pada bahan SnCuBi dengan 5 variasi komposisi menunjukkan adanya pertumbuhan dan pergeseran puncak difraksi. Puncak pola difraksi komposisi SnCuBi1 dan SnCuBi2 memiliki kemiripan hanya pada pola difraksi fasa Sn dengan sistem kristal *tetragonal*. Pola difraksi XRD untuk komposisi SnCuBi3 hingga SnCuBi5 terlihat adanya pertumbuhan puncak difraksi. Puncak difraksi baru pada ketiga komposisi itu adalah bidang *hkl* (102), (104) dan (112). Ketiga puncak baru itu adalah puncak dari fasa Bi dengan sistem kristal *rhombohedral*. Hal ini menunjukkan bahwa penambahan material bismut atau Bi pada material solder SnCu eutectic dapat menghasilkan fasa baru setidaknya pada persen berat Bi sebesar 6,5% hingga 11,8%. Fasa Bi muncul pada ketiga komposisi tersebut karena % berat Bi dalam campuran sudah cukup besar, sedangkan pada dua komposisi sebelumnya persen berat Bi dalam campuran kurang dari 3%.

Dari hasil *refinement* dengan GSAS, parameter kisi fasa-fasa pada paduan SnCuBi berubah seiring dengan bertambahnya persen berat Bi dalam paduan. Untuk fasa Sn, parameter kisi *a* dan *c* memiliki kecenderungan semakin berkurang seiring dengan bertambahnya %berat Bi. Untuk fasa Bi, parameter kisi *a* cenderung untuk semakin besar seiring bertambahnya persen berat Bi, sedangkan untuk parameter kisi *c* memiliki kecenderungan untuk semakin kecil. Penggambaran dari perubahan nilai parameter kisi tiap fasa pada setiap komposisi SnCuBi dapat dilihat pada Gambar 4.11a dan 4.11b.



Gambar 4.12 Parameter kisi fasa Sn pada paduan SnCuBi



Gambar 4.13. Parameter kisi fasa Bi pada paduan SnCuBi.

Selain perubahan parameter kisi, penambahan persen berat Bi juga dapat menyebabkan perubahan densitas masing-masing dalam paduan seperti yang ditunjukkan pada tabel 4.2 dan 4.3. Perubahan parameter kisi pada material campuran SnCuBi ini memang tidak terlalu signifikan. Perubahan parameter kisi pada campuran ini disebabkan oleh adanya substitusi material Bi pada campuran,

khususnya pada komposisi pertama dan kedua dimana persen berat Bi kurang dari 3%. Pada komposisi SnCuBi ke 5 dimana persen berat Bi lebih berat lebih dari 6.5 % perubahan parameter kisi terjadi bisa disebabkan karena adanya substitusi ataupun interkisi atom Bi di dalam campuran. Proses substitusi dan interkisi ini secara otomatis akan merubah jarak antar atom di dalam kristal sehingga mempengaruhi besarnya parameter kisi pada kristal tersebut.

Perhitungan ukuran dan *microstrain* pada setiap komposisi material SnCuBi menunjukkan adanya perubahan. Penambahan persen berat Bi pada paduan mengubah ukuran kristal setiap fasa dalam material SnCuBi. Pada tabel 4.4, menunjukkan kecenderungan ukuran kristal fasa Sn pada paduan SnCuBi bertambah besar seiring dengan bertambahnya persen berat Bi. Selanjutnya ukuran kristal Bi di dalam paduan justru semakin mengecil seiring bertambahnya persen berat Bi. Ukuran kristal dan regangan mikro tersebut dipengaruhi oleh jarak antar atom yang berubah karena substitusi atom Bi di dalam campuran. Substitusi atom Bi tersebut mempengaruhi parameter kisi dan regangan kisi (*lattice strain*) material. Semakin banyak atom Bi yang mensubstitusi maka akan semakin besar regangan kisi dan merubah ukuran sel kristal. Perubahan ukuran sel ini nantinya bisa menyebabkan ukuran kristal yang berubah.

## BAB V

### KESIMPULAN dan SARAN

#### 5.1 Kesimpulan

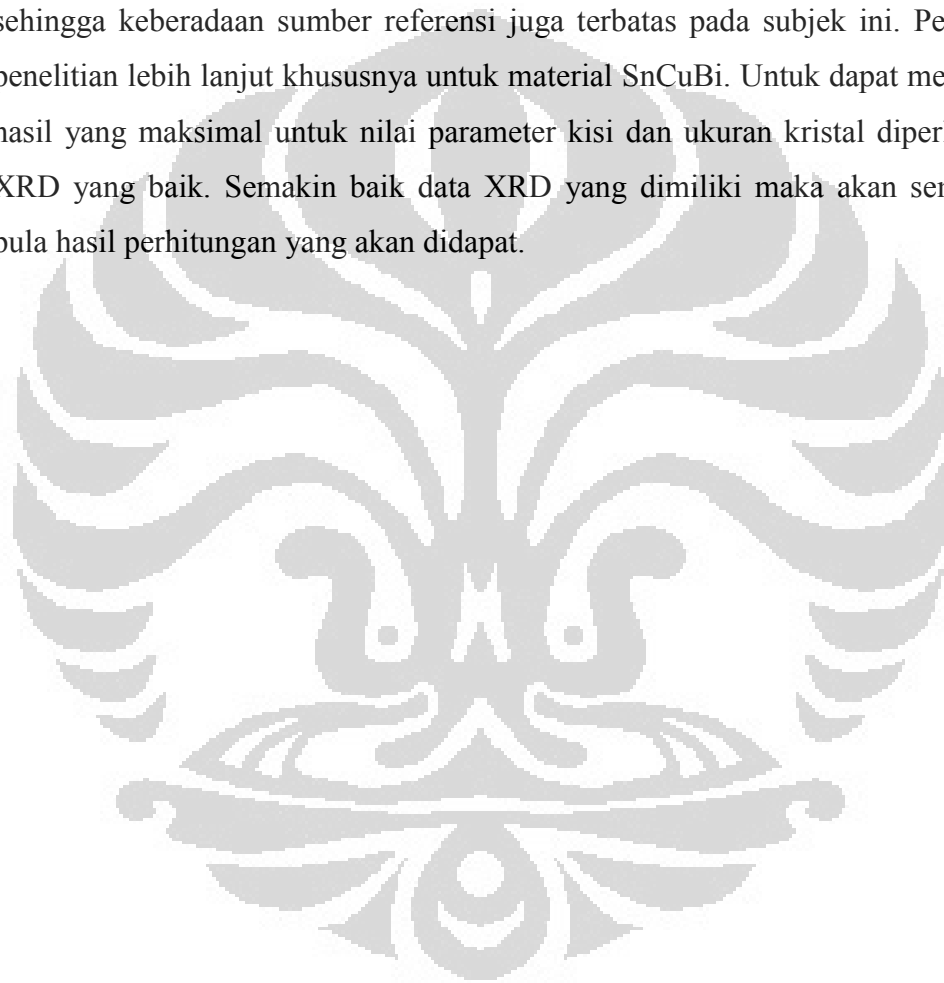
Berdasarkan hasil karakterisasi dengan menggunakan XRD dan refinement data XRD tersebut dengan menggunakan GSAS diperoleh beberapa kesimpulan sebagai berikut:

1. Hasil analisa kualitatif dengan menggunakan software GSAS dan Match! Diketahui bahwa material SnCu yang digunakan memiliki kemiripan fasa dengan fasa material Sn pada database. Fasa material Sn pada database itu memiliki sistem kristal tetragonal dengan space group  $I 41/a m d$ .
2. Hasil analisa kuantitatif juga dengan menggunakan software GSAS dan Match menunjukkan bahwa material SnCuBi pada persen berat Bi dibawah 5% hanya terdiri dari satu fasa yaitu fasa Sn dengan *space group*  $I 41/a m d$  (tetragonal). Sedangkan pada persen Bi lebih dari 6.5%, terdapat fasa baru yaitu fasa Bi yang diwakili oleh bidang hkl (102), (104) dan (110). Fasa baru Bi ini memiliki sistem kristal rhombohedral dengan space group  $R -3 m$ .
3. Penambahan persen berat material Bi dalam komposisi paduan SnCuBi dapat menghasilkan fasa baru pada paduan SnCuBi tersebut. Ditunjukkan pada bidang 102, 104 dan 110 yang mewakili fasa Bi di dalam paduan,
4. Seiring dengan penambahan persen berat Bi pada paduan SnCuBi dapat ukuran kristal fasa Sn meningkat kecuali pada komposisi 4 dimana persen berat Bi dan Cu hampir sama (komposisi SnCuBi4). Selain itu juga menurunkan ukuran kristal fasa Bi.
5. Seiring dengan penambahan persen berat Bi dalam paduan SnCu BI ternyata juga dapat mengubah parameter kisi fasa Sn dan fasa Bi material SnCuBi tersebut.
6. Pada material SnCu, pemberian perlakuan tekanan yang bervariasi dapat mengubah parameter kisi fasa material tersebut. Perubahan tersebut walaupun tidak signifikan tetapi tetap mengalami perubahan.

7. Pada material SnCu, pemberian perlakuan tekanan terhadap material tersebut menyebabkan ukuran kristal material tersebut bertambah besar. Tetapi seiring dengan bertambahnya tekanan yang diberikan ukuran kristalnya kembali mengecil.

## 7.2 Saran

Penelitian tentang material solder SnCuBi ini masih sedikit yang melakukan sehingga keberadaan sumber referensi juga terbatas pada subjek ini. Perlu adanya penelitian lebih lanjut khususnya untuk material SnCuBi. Untuk dapat menghasilkan hasil yang maksimal untuk nilai parameter kisi dan ukuran kristal diperlukan hasil XRD yang baik. Semakin baik data XRD yang dimiliki maka akan semakin baik pula hasil perhitungan yang akan didapat.



## DAFTAR ACUAN

- [1] Q.S Zhu. Z.F. Zhang dan Z.G. Wang.(2008). *Inhibition of Interfacial Embrittlement at SnBi/Cu Single Crystal by Electrodeposited Ag Film*. J. Mater. Res., Vol. 23, No. 1, Jan 2008
- [2] K.O. Lee. Jin Yu. *et al.*(2004). *Low-Cycle Fatigue Characteristic of Sn-Based Solder Joint*. Journal of ELECTRONIC MATERIALS, Vol. 33, No. 4, 2004
- [3] Hisaki Takao, Akira Yamada dan Hideo Hasegawa. *Mechanical Properties And Solder Joint Reliability of Low Melting Sn-Bi-Cu Lead Free Solder Alloy*. R&D Review of Toyota CRDL vol 39 no 2.
- [4] Yan Yan-Fu, Zhu Jin- Hong, *et al.* (2006). *Creep Behavior on Ag Particle Reinforced SnCu Based Composite Solder Joints*. Trans. Nonferrous Met. Soc. China 16(2006). 1116-1200.
- [5] X. Gu, D. Yang, *et al.* *Effect Electromigration On The Growth Of Intermetallic Compounds In Cu/Snbi/Cu Solder Joints*. J. Mater. Res., Vol. 23, No. 10, Oct 2008
- [6] Biocca, Peter., *Creating Solder Joint Reliability with SnCu Based Solders Some Practical Experiences*. Kester. Illinois. USA.
- [7] NIST Center for Neutron Research.(2003). GSAS/EXPGUI Alumina Tutorial Intro. <http://www.ncnr.nist.gov/xtal/software/expgui/tutorial3/merged.html> (1 of 32). Diunduh pada 2 Oktober 2011 pukul 12.30.
- [8] Howard, H. Manko. (2001). *Solder and soldering: materials, design, production, and analysis for reliable bonding*. McGraw-Hill Professional. Hal. 396
- [9] Mayappan, R. A.R. Ismail, *et al.* (2007). *Wetting Properties of Sn-Pb, Sn-Zn and Sn-Zn-Bi Lead-Free Solders*.Jurnal Teknologi, 46(C) Juni 2007: 1-14
- [10] Kim, Y.S., K.S. Kim, C.W. Hwang, and K. Sukanuma. (2003). *Effect of Composition and Cooling Rate on Microstructure and Tensile Properties of Sn-Zn-Bi Alloys*. J. Alloys and Comp. 352: 237-245



- [11] Callister, William D. Jr. 2001. Department of Metallurgical Engineering, University of Utah, *Fundamental of Material Science and Engineering*
- [12] Martin, M.A, W.P. Vellinga, M.G.D Geers. *The Microstructural Evolution of Sn-Pb Solder*. Eindhoven University of Technology, Department Mechanical Engineering.
- [13] Kattner, R. Ursula. (2002). Phase Diagrams for Lead-Free Solder Alloys. JOM-0212-45 Desember 2002.
- [14] K.W. Moon et al., J. Electron. Matter., 29 (2000), pp. 1122-1136.
- [15] Takemoto, T., Takahashi, M., Matsunawa, A., Ninomiya, R., and Tai, H. : Quarterly J. Jpn. Welding Soc., 16(1998), 87-92.
- [16] Cullity, B.D.(1978). *Element of X-Ray Diffraction*. Addison Wiley.

