

Pengukuran Difraksi Sinar-X Baja Karbon Rendah Tipe SPCE

D.Audriyanti¹⁾, A. Purwanto^{1,2)}, Nofrijon¹⁾

1) Program Studi Materials Science, Program Pascasarjana Universitas Indonesia

2) Pusat Penelitian dan Pengembangan Ilmu Pengetahuan dan Teknologi Bahan, Badan Tenaga Nuklir, Serpong

D.Audriyanti, A. Purwanto, Nofrijon, Pengukuran Difraksi Sinar-X Baja Karbon Rendah Tipe SPCE. Jurnal Ilmu dan Rekayasa Material. Desember 1999; 1(3): 14-21

Abstrak

Telah dilakukan pengukuran pola difraksi sinar-X baja karbon rendah tipe SPCE yang biasa digunakan untuk rangka depan truk Mercedes Benz. Hasil refinement yang dilakukan dengan perangkat lunak GSAS memperlihatkan bahwa kristalnya berstruktur kubus-BCC, grup ruang tetragonal $Im\bar{3}m$ dengan parameter kisi a , b dan c 2,864(1) Å; red. $\chi^2 = 1,530$; $R_p = 0,1041$ dan $R_{wp} = 0,1344$ dengan jumlah variabel 14. Hasil analisis kerapatan elektron dalam bahan dengan sintesis *difference* Fourier memperlihatkan bahwa ada konsistensi pengukuran antara kerapatan elektron dengan parameter struktur kalkulasi, dengan nilai $\Delta\rho$ max. dan $\Delta\rho$ min. masing-masingnya $1.094 \text{ e } \text{Å}^{-3}$ dan $-3.304 \text{ e } \text{Å}^{-3}$.

Abstract

The X-ray diffraction measurement of low carbon steel SPCE-type, which is usually used for front panel of Mercedes Benz truck construction, is reported. Studies and treatments of this work by using the crystallographic software package GSAS confirm that the crystals have cubic-BCC structure, space group tetragonal $Im\bar{3}m$, a , b and $c = 2.864(1) \text{ Å}$, red. $\chi^2 = 1.530$ $R_p = 0.1041$ and $R_{wp} = 0.1344$ with 14 refined variables. Further studies on electron density of this low carbon steel with difference Fourier synthesis show that the calculated structural parameters are consistent with the electron density measurement with max. $\Delta\rho$ and min. $\Delta\rho$ $1.094 \text{ e } \text{Å}^{-3}$ and $-3.304 \text{ e } \text{Å}^{-3}$ respectively.

Pendahuluan

Untuk mempertahankan industri otomotif di Indonesia dalam masa krisis ekonomi sekarang ini, salah satu cara yang ditempuh adalah dengan makin meningkatkan kandungan komponen lokal sebanyak mungkin. Salah satu komponen tersebut adalah KOWEL, yang merupakan rangka depan truk Mercedes Benz, di mana salah satu fungsinya

adalah sebagai dudukan kaca dan penyangga pintu. Bahan baku KOWEL adalah lembaran baja karbon rendah tipe SPCE dengan ketebalan 0,9 mm, memiliki sifat *ductile* dan mudah dibentuk sesuai dengan keinginan dan tidak mudah retak.

Dalam proses pembuatan dan pengerjaannya di PT. German Motor Manufacturing Gunung Putri, Bogor, selalu diikuti dengan proses pengepresan dengan ketipisan hingga lebih kurang

0,7mm. Masalah yang timbul dalam proses ini adalah hasilnya yang tidak optimal, lembaran pres tersebut sering retak pada bagian tertentu sehingga kualitas KOWEL yang dihasilkan bisa sangat rendah. Diduga, hal ini ada kaitannya dengan kekuatan mekanik yang dipengaruhi oleh sifat *anisotropy* yang muncul karena adanya tekstur, yaitu orientasi kristalografi yang dominan pada arah makroskopik tertentu.¹

Secara kuantitatif, keuntungan prinsip pengukuran tekstur kristalografi adalah kemungkinan untuk memprediksi sifat bahan, hal yang tidak bisa dikerjakan dengan model yang memprediksikan respon kristal terhadap berbagai rangsangan; mekanis, listrik, magnetik, dan sebagainya, dalam hubungannya dengan model yang memprediksikan respon agregat dari sifat kristal.²

Untuk itu, dalam penelitian ini akan dilakukan analisis tekstur baja karbon rendah tipe SPCE tersebut dan hubungannya dengan sifat mekanik. Dari hasil yang didapat, diharapkan akan dapat memberikan informasi tekstur bahan sehingga bisa memberikan solusi untuk mengoptimalkan pembuatan bahan selanjutnya. Sebagai langkah awal, artikel

ini hanya akan membahas hasil penentuan parameter struktur baja karbon rendah tipe SPCE tersebut dengan difraksi sinar-X, mencakup unsur dari teknik eksperimental dan pembahasannya.

Spesifikasi baja karbon rendah tipe SPCE, sesuai dengan standar JIS, yang diambil dari PT. German Motor Manufacturing adalah seperti dapat dilihat dalam Tabel 1 dan Tabel 2 berikut ini.

Metoda Analisis Struktur Kristal

Pada dasarnya analisis difraksi melibatkan proses pencarian parameter struktur sehingga intensitas berdasarkan parameter tersebut mempunyai harga yang sedekat mungkin dengan harga intensitas yang diperoleh dari pengamatan. Metode Rietveld, yang didasarkan pada *fitting* dari pola difraksi secara keseluruhan, sering digunakan untuk data yang berasal dari polikristal. Secara umum, persamaan yang digunakan untuk perhitungannya adalah⁴

$$I_c = I_b + \sum_p S_{ph} Y_{ph} \dots \dots \dots 1)$$

di mana I_c intensitas perhitungan, I_b

Tabel 1. Tensile strength, elongasi, dan sifat non-aging baja karbon rendah tipe SPCE³

Tensile Test	Tensile strength kg/mm ² (N/mm ²)	Elongation %						
		0.25 or over	0.25 or over to and excl 0.40	0.40 or over to and excl 0.60	0.60 or over to and excl 1.0	1.0 or over to and excl 1.6	1.6 or over to and excl 2.5	2.5 or over
Quality								
SPCE	(28 min.) (275 min.)	36 min	38 min	40 min	41 min	42 min	43 min	

Tabel 2. Komposisi kimia baja karbon rendah tipe SPCE³

Quality	C	Mn	P	S
SPCE	0,08 max.	0,40 max.	0,03 max.	0,03 max.

adalah intensitas latar belakang, S_h adalah faktor skala histogram, S_{ph} adalah faktor skala fasa dan Y_{ph} adalah kontribusi dari refleksi ke-h dari fasa ke-p. Faktor skala S_{ph} berguna untuk analisis campuran berbagai fasa. Keuntungan dari metode ini adalah bahwa metode ini dapat menangani puncak yang berimpit. Metode fitting itu sendiri cukup beragam, yang umum digunakan adalah metode *least-square fitting* yang melibatkan penurunan dari fungsi intensitas perhitungan terhadap parameter yang di-refine.

Secara umum perumusan nilai perhitungan yang berhubungan dengan sebuah observasi kristalografi adalah sulit, karena itu fungsi minimisasi *least square* adalah non-linear dan prosesnya iteratif. Untuk data powder, fungsinya bisa dinyatakan sebagai⁴

$$M = \sum W (I_o - I_c)^2 \dots\dots\dots 2)$$

di mana I_o adalah intensitas observasi. Kualitas dari refinement least square dalam hal ini juga ditentukan oleh sisa dari fungsi yang dinyatakan oleh persamaan

$$R_p = \frac{\sum |I_o - I_c|}{\sum I_o} \text{, dan} \dots\dots\dots 3)$$

$$R_{wp} = \sqrt{\frac{M}{\sum w I_o^2}} \dots\dots\dots 4)$$

sedangkan *reduced χ^2* atau "goodness of fit" dinyatakan oleh

$$\chi^2 = \frac{M}{N_{obs} - N_{var}} \dots\dots\dots 5)$$

Cara lain yang cukup memuaskan untuk merefine suatu struktur model adalah metoda sintesis *difference Fourier*. Seri Fourier yang memiliki koefisien struktur faktor $|F_h^c|s$, yang dihitung dari⁵

$$F_h^c = \sum_{m=1}^M f_m \exp(2\pi i h \cdot r_m) \dots\dots\dots 6)$$

maka $\rho_c(r) = \frac{1}{V} \sum_h F_h^c \exp(-2\pi i h \cdot r) \dots\dots 7)$

di mana V adalah volume unit sel, akan memperlihatkan maksimum pada posisi atom dari model, sementara seri dengan koefisien $F_h^o = |F_h^o| \exp(i\phi_{true})$

$$\rho_o(r) = \frac{1}{V} \sum_h F_h^o \exp(2\pi i h \cdot r) \dots\dots\dots 8)$$

merupakan struktur sebenarnya. Untuk melihat seberapa jauh deviasi model awal dari struktur sebenarnya, maka harus dihitung perbedaannya di mana

$$\Delta\rho(r) = \rho_o(r) - \rho_c(r) = \frac{1}{V} \sum_h (F_h^o - F_h^c) \exp(2\pi i h \cdot r) \dots 9)$$

Akan tetapi, nilai dari ϕ_{true} tidak diketahui, karena itu harus dianggap bahwa $\phi_{true} = \phi_h^c$ sehingga

$$\Delta\rho(r) = \frac{1}{V} \sum_h (|F_h^o| - |F_h^c|) \exp(2\pi i h \cdot r + i\phi_h^c)$$

Jika dalam suatu kalkulasi $\rho_c(r)$ bernilai nol, sedangkan $\rho_o(r)$ bernilai maksimum, berarti dalam model kalkulasi tersebut ada atom yang hilang, karena itu harus dimunculkan dengan posisi yang sesuai.

Bahan dan Cara Kerja

Sebagai bahan dasar dari percobaan ini adalah baja karbon rendah tipe SPCE yang diperoleh dari PT. German Motor Manufacturing Gunung Putri, Bogor. Untuk penentuan parameter struktur ini, bahan terlebih dahulu dijadikan serbuk, kemudian diukur pola difraksinya. Pengukuran pola difraksi dilakukan menggunakan difraktometer sinar-X, Shimadzu XD-610 X-ray diffractometer yang terdapat di Badan Tenaga Nuklir Serpong, dengan target Co yang mempunyai panjang gelombang 1.7889 Å. Pengukuran dilakukan dengan cara pencacahan kontinu. Hasil difraktogramnya kemudian dianalisis menggunakan paket program kristalografi GSAS yang dikembangkan oleh Allen C. Larson dan Robert B. Von Dreele dari

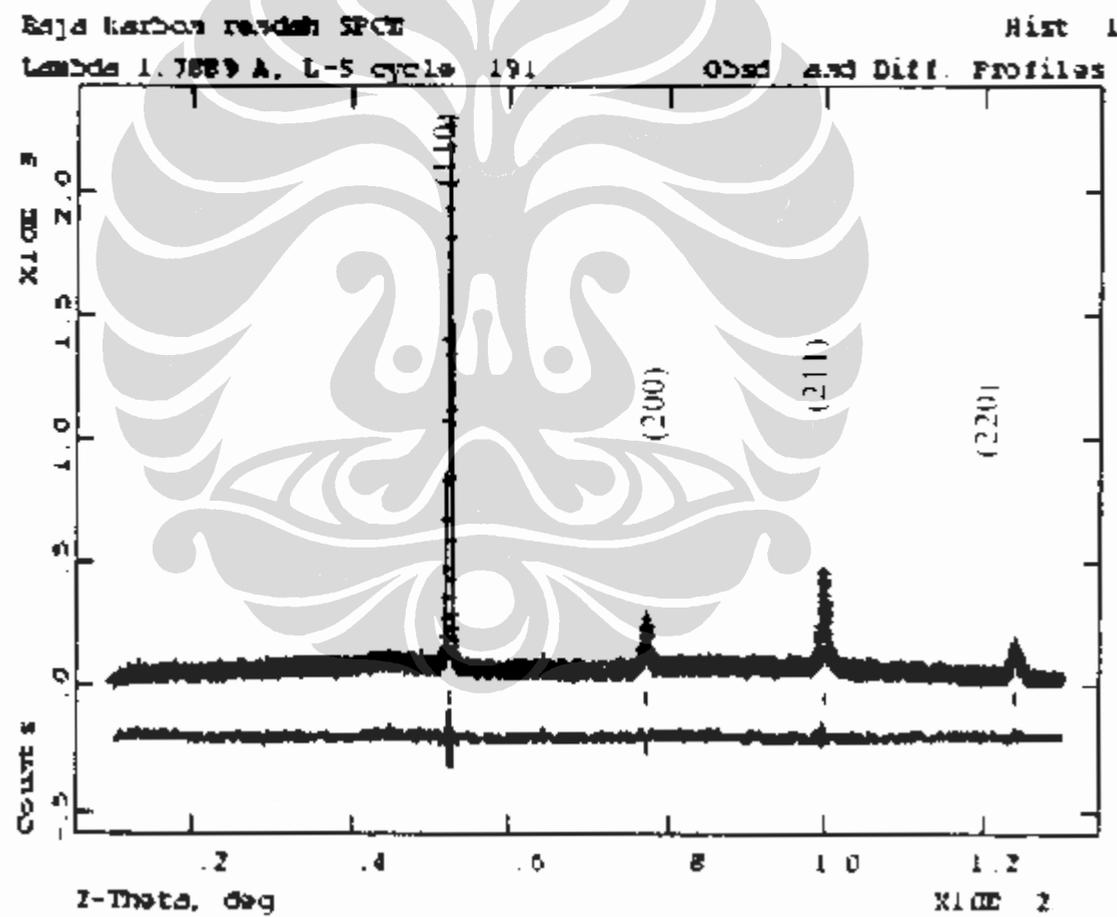
Los Alamos National Laboratory, Amerika Serikat,⁴ baik untuk penentuan parameter struktur maupun untuk penentuan kerapatan elektron dalam bahan.⁶

Hasil dan Diskusi

Bahan yang diambil dari PT. German Motor Manufacturing tersebut, untuk tahap awalnya telah dilakukan uji difraksi sinar-X. Hasilnya diperlihatkan seperti pada Gb. 1. parameter struktur yang didapat diberikan dalam Tabel 3.

data hasil refine diberikan dalam Tabel 4. gambar kerapatan elektronnya diberikan berturut-turut dalam Gb. 2, Gb. 3 dan Gb. 4, sedangkan data kerapatan elektronnya diberikan dalam Tabel 5.

Pola difraksi dari baja karbon rendah tipe SPCE ini dan hasil refine-nya dapat dilihat dalam Gb. 1. Dalam Gb. 1 ini, tanda plus (+) menyatakan hasil observasi, garis penuh (solid) menyatakan hasil perhitungan, tanda di bawah kurva menyatakan puncak (tick mark), sedangkan kurva di bawah menyatakan perbedaan antara intensitas yang didapat dengan intensitas perhitungan.



Gambar 1. Pola difraksi dari baja karbon rendah tipe SPCE, target Co dengan λ 1.7889 Å, dilakukan secara cacah kontinu pada suhu kamar.

Tabel 3. Parameter struktur baja karbon rendah tipe SPCE dalam $Im\bar{3}m$

Atom	x	y	z
Fe (1a)	0.00(0)	0.00(0)	0.00(0)
Fraksi		1.0(fix)	
A (Å)		2.864(1)	
V (Å ³)		23.490(2)	

Tabel 4. Data hasil refine baja karbon rendah tipe SPCE

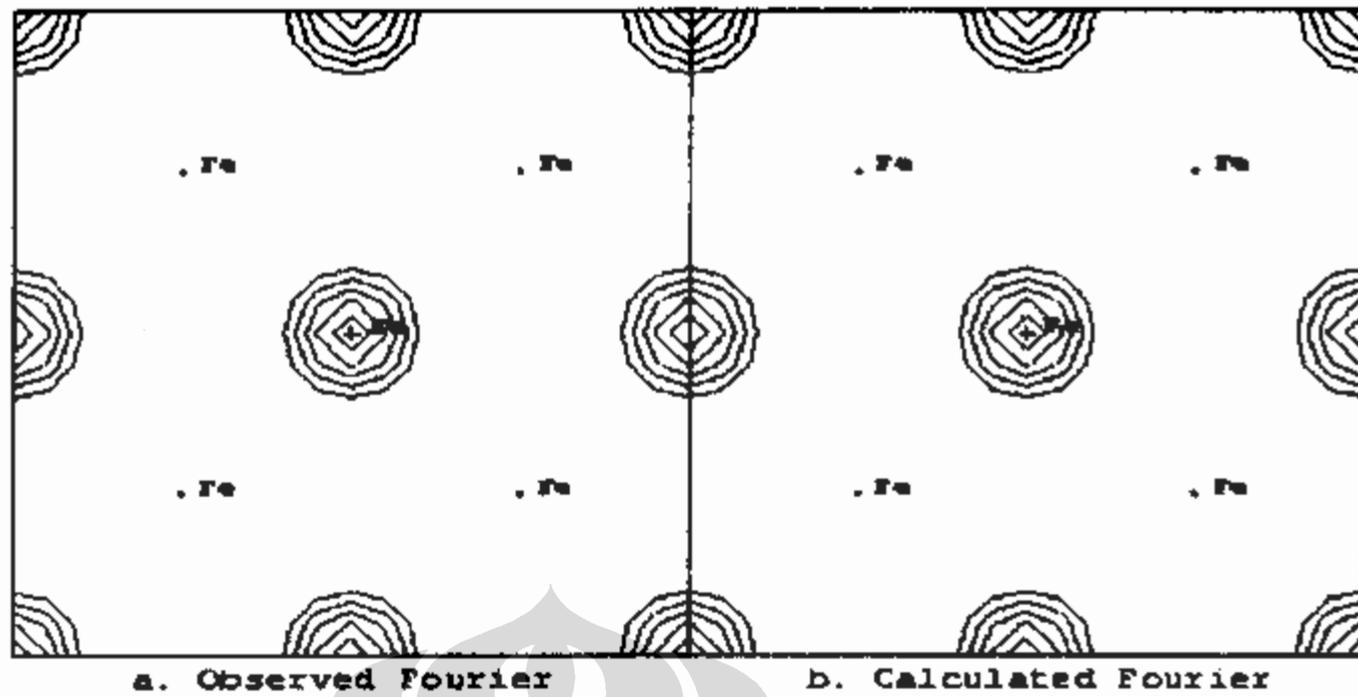
Reflections	4
<i>hkl</i> range	$0 \leq h \leq 3, 0 \leq k \leq 3, 0 \leq l \leq 3$
Rwp	0.1344
Rp	0.1041
red. χ^2	1.530
Refined parameter	14
ρ (g/cm ³)	7.875
Min. $\Delta\rho$ (e Å ⁻³)	-3.304
Max. $\Delta\rho$ (e Å ⁻³)	1.094

Tabel 5. Kerapatan elektron dalam baja karbon rendah SPCE (e Å⁻³)

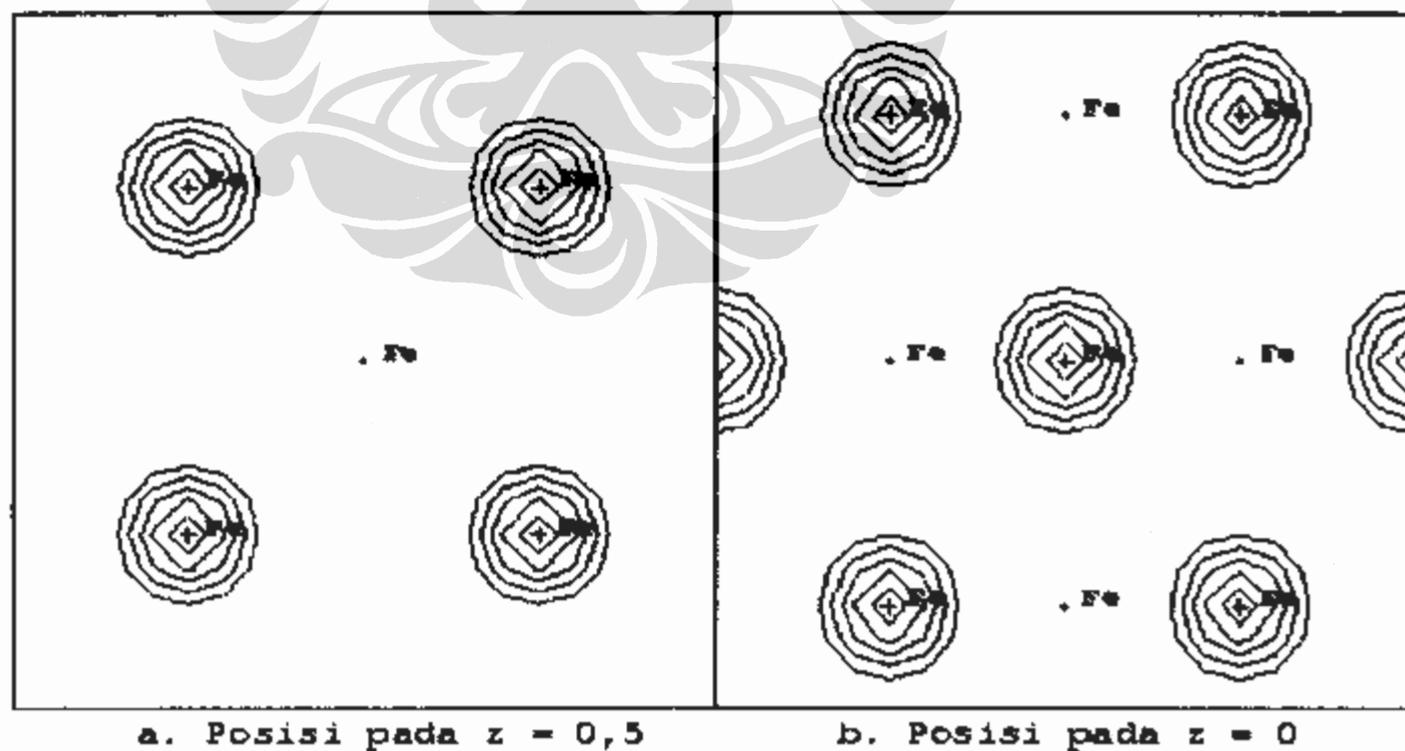
z	Observed Fourier		Calculated Fourier		Difference Fourier	
	ρ max.	ρ min.	ρ max.	ρ min.	ρ max.	ρ min.
-0.25	3.406	-6.551	3.427	-6.235	0.098	-0.330
-0.19	13.160	-9.122	13.060	-9.174	0.224	-0.316
-0.13	35.810	-8.073	35.290	-7.958	0.528	-0.226
-0.06	55.320	-8.867	54.390	-8.870	0.926	-0.285
0.00	63.000	-9.122	61.910	-9.174	1.094	-0.330
0.06	55.320	-8.867	54.390	-8.870	0.926	-0.285
0.13	35.810	-8.073	35.290	-7.958	0.528	-0.226
0.19	13.160	-9.122	13.060	-9.174	0.224	-0.316
0.25	3.406	-6.551	3.427	-6.235	0.098	-0.330

Gambar 2 adalah Peta *observed* Fourier (a) dan *calculated* Fourier (b), masing-masing berukuran 5,728 Å, dengan pusat (000) berada di tengah-tengah gambar dan Fe berada pada posisi z dari Tabel 3. Sumbu horizontal menyatakan arah [100], sedangkan sumbu vertikal menyatakan arah [010]. Kontur menyatakan kerapatan elektron yang berharga positif, sedangkan daerah dengan kerapatan elektron negatif, atau daerah yang kekurangan elektron berada di antara kontur ini. Gambar 2 memperlihatkan bahwa kerapatan elektron maksimum terjadi pada posisi Fe pusat tengah di mana nilainya adalah 63,0036 e Å⁻³ dan 61,9098 e Å⁻³ masing-masing untuk nilai observasi dan nilai perhitungan.

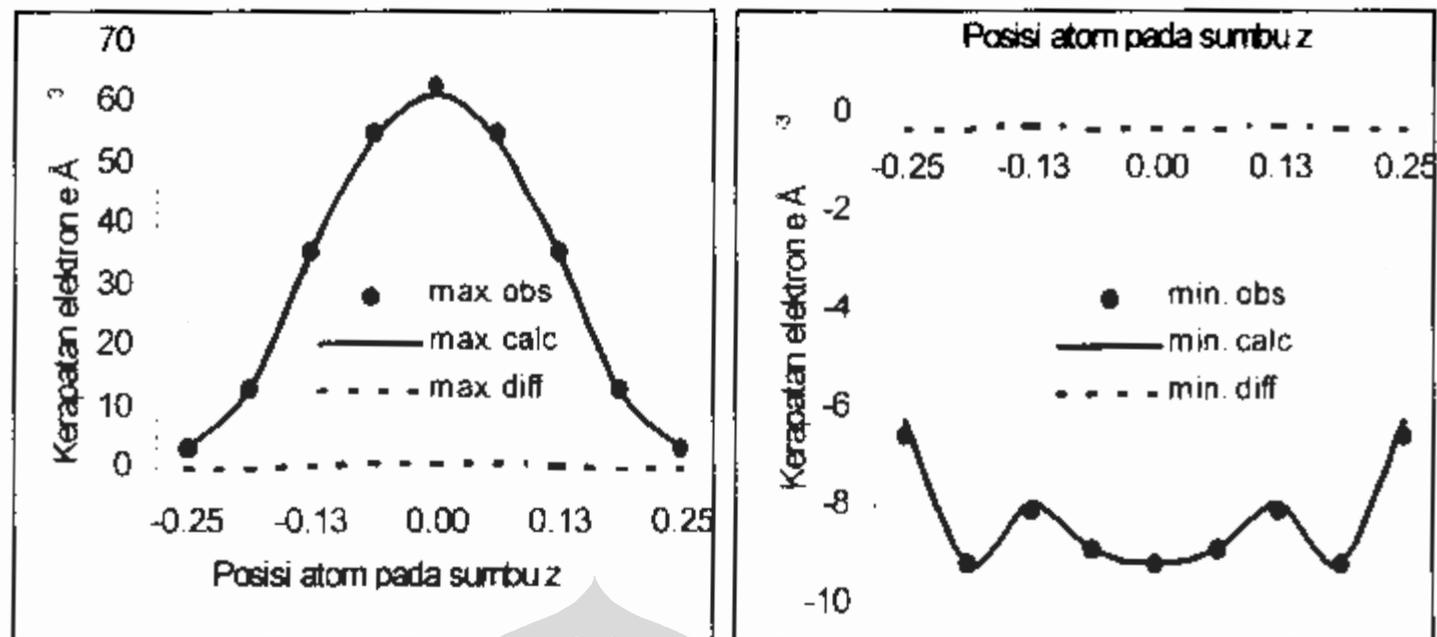
Gambar 3a adalah peta *observed* Fourier dengan sumbu horizontal menyatakan arah [100] dan sumbu vertikal menyatakan arah [010], z berada pada posisi 0,5 atau pada 1,432 Å di atas pusat patokan Tabel 3. Gambar 3b merupakan peta *observed* Fourier dengan sumbu horizontal menyatakan arah [100] dan sumbu vertikal menyatakan arah [011], z berada pada posisi seperti pada Tabel 3. Daerah berkontur menyatakan kerapatan elektron yang positif. Masing-masing Gb. 3a dan Gb. 3b berukuran 5,728 Å. Dari Gb. 3b ini, pemanjangan terhadap sumbu vertikal jelas terlihat karena sebenarnya sumbu [011] ini merupakan diagonal dari unit sel.



Gambar 2. Peta *observed* Fourier (a) dan *calculated* Fourier (b), masing-masing berukuran 5,728 Å, dengan pusat (000) berada di tengah-tengah gambar dan Fe pada posisi z dari Tabel 3. Sumbu horizontal menyatakan arah [100], sedangkan sumbu vertikal menyatakan arah [010]. Daerah berkontur menyatakan kerapatan elektron yang positif.



Gambar 3. (a) Peta *observed* Fourier dengan sumbu horizontal menyatakan arah [100] dan sumbu vertikal menyatakan arah [010], berada pada posisi $z = 0,5$ atau pada 1,432 Å di atas pusat patokan. (b) Peta *observed* Fourier dengan sumbu horizontal menyatakan arah [100] dan sumbu vertikal menyatakan arah [011], z berada pada posisi seperti pada Tabel 3. Daerah berkontur menyatakan kerapatan elektron yang positif, masing-masing gambar berukuran 5,728 Å.



a. Nilai kerapatan positif

b. Nilai kerapatan negatif

Gambar 4. Kurva memperlihatkan bahwa parameter struktur yang didapat dalam perhitungan telah mendekati keadaan sesungguhnya ditandai dengan nilai maksimum observasi yang berada pada posisi yang sama dengan nilai maksimum perhitungan.

Gambar 3b adalah peta *difference* Fourier dengan sumbu horizontal menyatakan arah [100] dan sumbu vertikal menyatakan arah [010], berada pada posisi $z = 0,5$ atau pada posisi $1,432 \text{ \AA}$ di dengan sumbu horizontal menyatakan arah [100] dan sumbu vertikal menyatakan arah [010], berada pada posisi $z = 0,5$ atau pada posisi $1,432 \text{ \AA}$ di atas pusat patokan. Daerah berkontur menyatakan kerapatan elektron yang positif, dengan nilai untuk $\Delta\rho$ max. $1,094 \text{ e \AA}^{-3}$; sedangkan daerah dengan kerapatan elektron negatif atau daerah yang kekurangan elektron berada di luar kontur ini dengan nilai $\Delta\rho$ min. $-3,304 \text{ e \AA}^{-3}$. Masing-masing Gb. 3a dan Gb. 3b berukuran $5,728 \text{ \AA}$.

Gambar 4 adalah kurva perbandingan antara nilai kerapatan elektron yang didapat dan nilai kerapatan elektron perhitungan. Kurva ini memperlihatkan bahwa puncak maksimum observasi berada pada posisi yang sama dengan puncak maksimum perhitungan.

Hal ini memberikan arti bahwa parameter struktur dan masing-masing posisi atom yang diberikan dalam perhitungan konsisten dengan data kerapatan elektron, dengan kata lain bahwa parameter struktur yang telah ditentukan itu telah mendekati keadaan perhitungan konsisten dengan data kerapatan elektron, dengan kata lain bahwa parameter struktur yang telah ditentukan itu telah mendekati keadaan sesungguhnya.⁵ Selain itu juga dapat dilihat bahwa kurva perbedaan telah mendekati keadaan datar.

Kesimpulan

Hasil akhir setelah dilakukan refinement dari pola difraksi sinar-X baja karbon rendah tipe SPCE ini memperlihatkan bahwa kristalnya berstruktur kubus-BCC, grup ruang tetragonal $Im\bar{3}m$ dengan parameter kisi a , b dan c $2,864(1) \text{ \AA}$ dan $V = 23,490(2) \text{ \AA}^3$. Hasil analisis kerapatan elektron

dalam bahan dengan sintesis *difference Fourier* memperlihatkan bahwa ada konsistensi pengukuran antara kerapatan elektron dengan parameter struktur kalkulasi, dengan nilai untuk $\Delta\rho_{\max}$ dan $\Delta\rho_{\min}$ masing-masingnya $1.094 \text{ e } \text{\AA}^{-3}$ dan $-3.304 \text{ e } \text{\AA}^{-3}$.

Ucapan Terima Kasih

Penulis mengucapkan banyak terima kasih kepada Bapak Naek Pakpahan dari PT. German Motor Gunung Putri Bogor atas bantuannya menyediakan sampel baja karbon rendah tipe SPCE. Sdr. J. Sarwanto dari Pusat Penelitian dan Pengembangan Ilmu Pengetahuan dan Teknologi Bahan, Badan Tenaga Nuklir, Serpong atas bantuannya dalam pengukuran difraksi sinar-X, Sdr. Elman Panjaitan dan Sdr. Yatno dari puslitbang yang sama atas

bantuannya yang sangat berharga dan kerjasamanya yang baik.

Daftar Pustaka

1. S. Hiwatashi, E. Hoferlin, R. Schouwenaars, <http://www.mtm.kuleuven.ac/rep96/chapter2.html>. 1996.
2. *ASM Handbook*, ASM International, USA. 1986.
3. *JIS Hand Book*, Ferrous Materials and Metallurgy, Japanese Standards Associations. 1993.
4. Allen C.L., Robert B.V.D. *GISIS Training Manual*, Los Alamos National Laboratory, Los Alamos. 1994.
5. C.Giacovazzo. *Fundamentals of Crystallography*, International Union of Crystallography, Oxford University Press. 1992.
6. P. Villars, L.D. Calvert, *Pearson's Hand Book of Crystallographic Data for Intermetallic Phases*, Vol. 2, 2nd ed., The Materials Information Society, Ohio. 1991.