



**ANALISIS PERBANDINGAN PARAMETER *LONG-RANGE ORDER*
SEBAGAI ACUAN KONTROL KUALITAS HASIL ANNEALING
PASCA *EQUAL-CHANNEL ANGULAR PRESSING (ECAP)* PADA AI-5052**

***LONG-RANGE ORDER PARAMETER COMPARISON ANALYSIS AS A QUALITY
CONTROL GUIDELINE FOR POST ECAP ANNEALED AI-5052***

R. Ibrahim Purawiardi^{1,a}, I Nyoman Gede Putrayasa Astawa² dan Effendi Mabruuri²

¹Pusat Penelitian Fisika, LIPI, Tangerang Selatan 15314, Indonesia

²Pusat Penelitian Metalurgi dan Material, LIPI, Tangerang Selatan 15314, Indonesia

^ae-mail: ibrahimpurawiardi@gmail.com

Abstrak

Paduan Al-5052 merupakan salah satu kandidat utama material untuk aplikasi di industri maritim karena kemampuannya menahan korosi air laut dan semburan garam. Kualitas sifat mekanik dari material Al-5052 dipengaruhi oleh kualitas struktur kristalnya. Struktur kristal yang solid tersusun atas susunan atom yang *ordered*. Untuk mengetahui tingkat *ordered-disordered* kristal, dapat dilakukan dengan mengukur parameter *long-range order* berbasis pada pengujian difraksi sinar-X (XRD). Pada studi ini dilakukan perlakuan ECAP dan *annealing* pasca ECAP pada logam paduan Al-5052. Analisis perbandingan parameter *long-range order* dilakukan dalam satu sudut pandang. Sudut pandang yang digunakan yaitu sudut pandang tegak lurus bidang (220). Dalam analisis, bidang (111) merupakan bidang fundamental sementara bidang *superlattice* diasumsikan pada bidang (220). Ada 4 (empat) sampel uji yang digunakan, dimana keempat sampel mengalami perlakuan ECAP rute Bc sebanyak 4 (empat) *pass*. Kemudian hanya 3 (tiga) sampel yang mengalami perlakuan *annealing* pasca ECAP dengan variasi temperatur *annealing* 100 °C, 200 °C, dan 300 °C, sementara 1 (satu) sampel yang tersisa digunakan sebagai sampel kontrol pembandingan. Karakterisasi dilakukan dengan analisis *X-Ray Diffraction*. Hasil analisis menunjukkan nilai parameter *order* pada sampel tanpa *annealing*, sampel dengan temperatur *annealing* 100 °C, sampel dengan temperatur *annealing* 200 °C, dan sampel dengan temperatur *annealing* 300 °C, yaitu: 0.54526, 0.693152, 0.92553 dan 1.183165. Dengan demikian, terjadi perubahan dari kondisi lebih *disordered* menjadi lebih *ordered* akibat perlakuan *annealing* pasca ECAP. Sementara itu, kondisi *fully ordered* diprediksi terjadi saat penerapan temperatur *annealing* 226.065704 °C. Dari studi ini dapat disimpulkan bahwa metode perbandingan parameter *order* dapat digunakan sebagai acuan kontrol kualitas logam paduan Al-5052 setelah material mengalami proses *annealing* pasca ECAP. Namun, penggunaan analisis ini tidak direkomendasikan untuk menentukan nilai mutlak parameter *order*, hanya direkomendasikan untuk membandingkan sampel antara satu dengan lainnya.

Kata kunci: ECAP, *annealing*, parameter *long-range order*, Al-5052, kontrol kualitas.

Abstract

The corrosion resistance of Al-5052 alloy against seawater and salt spray makes it a primary candidate for the failure-sensitive large marine structure. The quality of mechanical properties of Al-5052 is affected by the quality of its crystal structure. Compacted crystal structure is formed by ordered atom arrangement. And, X-Ray Diffraction based determination of long-range order parameter can be used for determining its order range. In this study, the comparison of one point of view long-range order parameter of Al-5052 alloy has been investigated. The Al-5052 samples were processed by ECAP and post ECAP annealing. A point of view is perpendicular with (220) plane. In this case, a fundamental plane is (111) plane and a superlattice plane is assumed as (220) plane. There are four Al-5052 samples. All of the samples were processed by Bc route ECAP with 4 passes.

Then, three of samples were annealed in variation with annealing temperatures i.e. 100 °C, 200 °C, and 300 °C while rest of sample as controller. Characterization was done using x-ray diffraction method. The experiment showed that long-range order parameter of controller, 100 °C annealed sample, 200 °C annealed sample, and 300 °C annealed sample were 0.54526, 0.693152, 0.92553, and 1.183165. So that, there is disordered-ordered transformation of Al-5052 during post ECAP annealing process. Thus, a fully ordered condition was predicted at 226.065704 °C annealing temperature. From this study, we can conclude that this comparison method can be done as a quality control guideline for post ECAP annealing processed Al-5052. But, this method cannot be used for determining absolute order parameter. This method only recommended for comparing predicted long-range order parameter of samples.

Keywords: ECAP, annealing, long-range order parameter, Al-5052, quality control.

PENDAHULUAN

Proses *equal-channel angular pressing* (ECAP) merupakan salah satu alternatif untuk meningkatkan kekuatan pada Aluminium dan Aluminium paduan. Proses ECAP menerapkan deformasi plastis untuk memodifikasi struktur mikro material, terutama dalam hal bentuk dan ukuran butir (*grain*) pada logam *bulk*. Umumnya, proses ECAP dapat menghasilkan *ultrafine grain size* pada logam *bulk*. Selain itu, proses ECAP juga dapat memodifikasi dan memperbaiki orientasi kristal Aluminium dan Aluminium paduan. Homogenitas logam Aluminium dan Aluminium paduan tentunya juga dapat ditingkatkan dengan ECAP. Homogenitas kekerasan logam Aluminium murni dapat tercapai dengan 4 *pass*, sementara pada Aluminium paduan tercapai di atas 4 *pass*. Meskipun proses ECAP dapat menciptakan material *ultrafine grain*, namun memiliki kekurangan yaitu menimbulkan inhomogenitas struktur mikro. Inhomogenitas tersebut dapat dikurangi dengan menerapkan proses *annealing* pasca ECAP.

Proses *annealing* pasca ECAP akan berdampak pada *mechanical properties* (regangan, *tensile strength*, kekerasan, dan *yield strength*) Aluminium paduan yang telah diproses ECAP. Proses *recovery* regangan akan terjadi selama *annealing* pasca ECAP, namun tidak mengakibatkan penurunan secara drastis *tensile strength*-nya sehingga tetap menjaga kondisi *high-tensile strength* pada Aluminium paduan. Kekerasan pada Aluminium paduan akan menurun apabila diberikan perlakuan *annealing* pasca ECAP. Temperatur *annealing* di bawah 200 °C menghasilkan stabilitas thermal pada Aluminium paduan sehingga penurunan nilai kekerasan berlangsung secara

perlahan-lahan, sedangkan pada temperatur *annealing* di atas 300 °C, stabilitas thermal hilang sehingga penurunan nilai kekerasan terjadi secara drastis. Perbedaan laju penurunan kekerasan ini juga dipengaruhi oleh faktor rekristalisasi, dimana pada temperatur *annealing* 200 °C terjadi proses rekristalisasi Aluminium paduan. Sementara itu, pada temperatur *annealing* 225 °C merupakan titik stabilitas thermal yang rendah pada Aluminium paduan, oleh sebab itu pada selang temperatur *annealing* antara 200 °C dan 300 °C terdapat perubahan stabilitas thermal dari tinggi ke rendah sebelum hilang setelah 300°C. Nilai *yield strength* Aluminium paduan akan mulai menurun pada penerapan temperatur *annealing* 150°C–250°C dan menjadi stabil lebih rendah pada penerapan temperatur *annealing* 300°C–400°C. Pada penerapan temperatur *annealing* 150°C– 250°C, perubahan nilai *yield strength* pada Aluminium paduan terjadi akibat pergerakan dislokasi yang bergerak hingga terakumulasi pada *subgrain* dan *grain boundary*. Sedangkan pada penerapan temperatur *annealing* 300°C–400°C, perubahan nilai *yield strength* disebabkan oleh penguatan *grain boundary* dan hilangnya dislokasi.

Perubahan *mechanical properties* akibat proses *annealing* pasca ECAP diakibatkan oleh adanya perubahan pada mikrostrukturnya. Sebagai contoh, salah satu *mechanical properties* yaitu tingkat kekerasan akan mencapai nilai kekerasan yang merata dan jenuh berdasarkan kondisi homogenitas mikrostruktur yang paling merata. Perubahan mikrostruktur akan berimplikasi pada perubahan orientasi kristalnya. Dengan demikian, homogenisasi mikrostruktur akan

terdeteksi dengan adanya homogenisasi orientasi kristalnya. Pada dasarnya, kristal logam paduan yang terorientasi menunjukkan adanya kondisi *ordered* atom-atom penyusunnya]. Oleh sebab itu, proses *annealing* pasca ECAP akan meningkatkan tingkat *ordered* koordinat atom-atom penyusun logam paduan dari kondisi sebelumnya yang *disordered*. Untuk mendeteksinya, dapat dilakukan dengan deteksi *long-range ordering*. Dalam deteksi *long-range ordering*, apabila ada atom penyusun logam paduan tidak berada pada koordinat yang tepat maka akan timbul kondisi *disordered* dan sebaliknya bila seluruh atom penyusun logam paduan berada pada koordinat idealnya maka akan timbul kondisi *ordered*]. Untuk mengukur tingkat *ordered-disordered* logam paduan, digunakan parameter *long-range order* atau disebut juga parameter *order*]. Kriterianya adalah, bila parameter *order* bernilai satu berarti kondisi *fully ordered*, bila bernilai nol berarti kondisi *disordered*, dan bila bernilai antara nol dan satu berarti kondisi *partially ordered*.

Dalam studi kali ini, kami mencoba untuk membandingkan satu sama lain nilai parameter *order* antar sampel Aluminium paduan (Al-5052) yang diberikan perlakuan *annealing* pasca ECAP dengan divariasikan pada temperatur *annealing*-nya. Sampel-sampel tersebut terlebih dahulu diberikan perlakuan ECAP yang sama, yaitu rute Bc sebanyak 4 *pass*. Metode dan fenomena yang didapatkan dari studi ini diharapkan dapat menjadi alternatif acuan kontrol kualitas Aluminium paduan yang diberikan perlakuan ECAP dan *annealing* pasca ECAP.

METODOLOGI

Sampel uji yang digunakan adalah paduan Al-5052. Komposisi sampel uji dalam persen berat (wt.%) yang digunakan adalah 96.63% Al, 2.66% Mg, 0.27% Fe, 0.23% Cr, 0.13% Si, 0.012% Zn, 0.007% V, 0.006% Mn, dan 0.0007% Cu. Sampel uji berbentuk silinder pejal dengan diameter 13.5 mm dan panjang 65 mm. Jumlah sampel uji adalah 4 (empat) buah. Keempat sampel tersebut dihomogenisasi terlebih dahulu dengan *treatment* panas menggunakan temperatur 550°C selama 12 jam. Keempat sampel uji kemudian diberikan perlakuan *equal-channel angular pressing* (ECAP) dengan rute Bc sebanyak 4 *pass*. Setelah itu, tiga dari empat

sampel tersebut diberikan perlakuan *annealing* pasca ECAP dengan variasi temperatur 100 °C, 200 °C, dan 300 °C selama 30 menit. Sementara itu, satu sampel tersisa tidak diberikan perlakuan *annealing* pasca ECAP sebagai kontrol pembanding ketiga sampel yang diberikan perlakuan *annealing* pasca ECAP.

Karakterisasi sampel uji dilakukan menggunakan *X-Ray Diffractometer* merek *Shimadzu XRD 7000* dengan target *tube* Cu (Cu-K α , $\lambda = 1.541862 \text{ \AA}$), voltase 40 kV, dan arus 30 mA. Pemindaian dilakukan dengan rentang sudut 2θ dari 10° sampai 100° . Kecepatan pindai yang digunakan adalah $2^\circ/\text{menit}$ dengan *sampling pitch* 0.02° . Sementara itu, kalkulasi sudut 2θ , intensitas, dan *integrated intensity* dilakukan menggunakan perangkat lunak *Rigaku PDXL*.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Langkah pertama dalam memulai analisis ini adalah dengan memperhatikan pola-pola difraksi sampel uji pada Gambar 1. Pola difraksi umumnya menampilkan intensitas pada sumbu-y dan sudut 2θ pada sumbu-x. Data yang paling penting adalah sudut-sudut 2θ yang terdapat puncak-puncak difraksi. Dari nilai-nilai sudut 2θ tersebut kemudian dihitung nilai-nilai *interplanar spacing*-nya (d) dengan menggunakan persamaan Bragg ($\lambda = 2d \cdot \sin\theta$). Hasil perhitungan d dalam satuan Angstrom (\AA) dapat dilihat pada Tabel 1, Tabel 2, Tabel 3, dan Tabel 4. Nilai-nilai d hasil kalkulasi menunjukkan adanya karakteristik fasa yang identik dengan Aluminium (Al) yang memiliki struktur *face-centered cubic* (FCC) dan *space group* Fm-3m pada semua sampel uji.

Dari nilai 2θ juga kita dapat hitung indeks Miller dari bidang-bidangnya menggunakan persamaan $h^2 + k^2 + l^2 = (\sin^2 \theta / \sin^2 \theta_{\min}) \times$ faktor pengali. Nilai faktor pengali dapat berbeda-beda disesuaikan data difraksi sampel uji dan merupakan angka positif. Nilai $(\sin^2 \theta / \sin^2 \theta_{\min}) \times$ faktor pengali kemudian dibulatkan (lihat Tabel 1, Tabel 2, Tabel 3, dan Tabel 4) sehingga kita dapatkan nilai $h^2 + k^2 + l^2$ yang bulat. Berdasarkan nilai bulat $h^2 + k^2 + l^2$ tersebut kemudian kita dapat prediksikan nilai indeks Miller-nya (hkl). Lalu, setelah kita ketahui nilai-nilai d dan $h^2 + k^2 + l^2$, kita dapat hitung nilai-nilai parameter kisi kubiknya (a)

dengan prinsip persamaan $d^2 = a^2 / (h^2 + k^2 + l^2)$.

Bila kita perhatikan sebaran nilai-nilai parameter kisi (a) pada puncak-puncak difraksi seluruh sampel uji, kita dapat lihat adanya perbedaan sebaran parameter kisi (a) antar sampel uji yang berarti mengindikasikan adanya perbedaan sebaran parameter kisi (a) akibat perbedaan temperatur *annealing*. Mengingat sampel-sampel uji merupakan paduan Al dengan logam-logam lainnya, adanya perbedaan sebaran parameter kisi (a) menunjukkan pula adanya kemungkinan perbedaan *order-disorder* pada sampel-sampel uji. Untuk membuktikannya, kita harus terlebih

dahulu mendeteksi dugaan bidang fundamental dan bidang *superlattice*. Bidang fundamental pada struktur FCC umumnya memiliki indeks Miller *unmixed* seperti (111), (222), (333), dan seterusnya serta memiliki nilai intensitas atau pun *integrated intensity* (Int. I) tertinggi diantara bidang-bidang lainnya [12]. Dari pola-pola difraksi sampel-sampel uji, seluruhnya memiliki puncak difraksi dengan intensitas tertinggi pada bidang (111). Hal ini menunjukkan bahwa bidang (111) dapat kita prediksi sebagai bidang fundamental pada seluruh pola difraksi sampel-sampel uji. Berbeda dengan bidang fundamental, bidang tipe *superlattice* lebih sulit untuk ditentukan, namun masih dapat diprediksi kemunculannya.

Tabel 1. Data difraksi sampel Al-5052 tanpa perlakuan *annealing* pasca ECAP.

$\lambda = 1.541862 \text{ \AA} \text{ (Cu - K}\alpha\text{)}$							
2θ (°)	d (Å)	$\sin^2 \theta$	$\frac{\sin^2 \theta}{\sin^2 \theta_{\min}}$	$\frac{\sin^2 \theta}{\sin^2 \theta_{\min}} \times 3$	$h^2 + k^2 + l^2$	hkl	a (Å)
38.440	2.341858	0.108370	1.000000	3.000000	3	111	4.056217
44.653	2.029385	0.144312	1.331657	3.994970	4	200	4.058770
64.876	1.437267	0.287711	2.654887	7.964662	8	220	4.065206
77.997	1.225061	0.396019	3.654313	10.962938	11	311	4.063068
82.557	1.168574	0.435230	4.016142	12.048427	12	222	4.048057

Tabel 2. Data difraksi sampel Al-5052 dengan temperatur *annealing* pasca ECAP sebesar 100 °C.

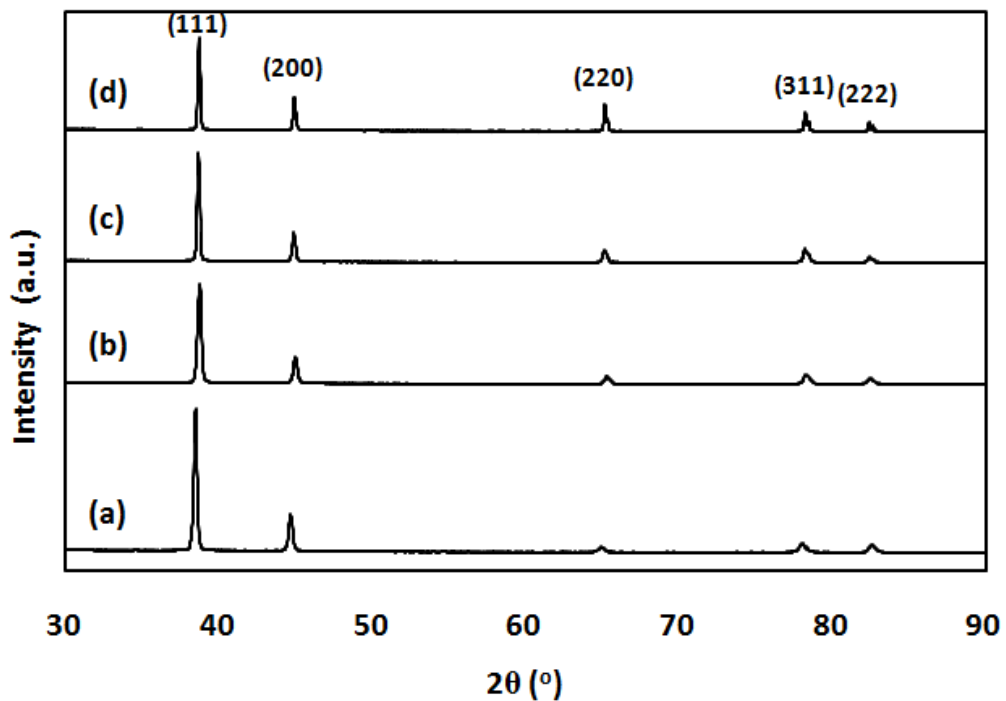
$\lambda = 1.541862 \text{ \AA} \text{ (Cu - K}\alpha\text{)}$							
2θ (°)	d (Å)	$\sin^2 \theta$	$\frac{\sin^2 \theta}{\sin^2 \theta_{\min}}$	$\frac{\sin^2 \theta}{\sin^2 \theta_{\min}} \times 3$	$h^2 + k^2 + l^2$	hkl	a (Å)
38.7211	2.325502	0.109900	1.000000	3.000000	3	111	4.027888
44.9640	2.016069	0.146225	1.330527	3.991581	4	200	4.032138
65.2770	1.429406	0.290884	2.646806	7.940418	8	220	4.042970
78.2860	1.221261	0.398487	3.625905	10.877715	11	311	4.050465
82.4630	1.169667	0.434417	3.952839	11.858517	12	222	4.051845

Tabel 3. Data difraksi sampel Al-5052 dengan temperatur *annealing* pasca ECAP sebesar 200 °C.

$\lambda = 1.541862 \text{ \AA} \text{ (Cu - K}\alpha\text{)}$							
2θ (°)	d (Å)	$\sin^2 \theta$	$\frac{\sin^2 \theta}{\sin^2 \theta_{\min}}$	$\frac{\sin^2 \theta}{\sin^2 \theta_{\min}} \times 3$	$h^2 + k^2 + l^2$	hkl	a (Å)
38.639	2.330254	0.109452	1.000000	3.000000	3	111	4.036119
44.861	2.020458	0.145590	1.330169	3.990508	4	200	4.040916
65.129	1.432295	0.289712	2.646924	7.940773	8	220	4.051142
78.216	1.222179	0.397889	3.635274	10.905821	11	311	4.053508
82.405	1.170343	0.433915	3.964426	11.893277	12	222	4.054187

Tabel 4. Data difraksi sampel Al-5052 dengan temperatur *annealing* pasca ECAP sebesar 300 °C.

$\lambda = 1.541862 \text{ \AA} \text{ (Cu - K}\alpha\text{)}$							
$2\theta \text{ (}^\circ\text{)}$	$d \text{ (\AA)}$	$\sin^2 \theta$	$\frac{\sin^2 \theta}{\sin^2 \theta_{\min}}$	$\frac{\sin^2 \theta}{\sin^2 \theta_{\min}} \times 3$	$h^2 + k^2 + l^2$	hkl	$a \text{ (\AA)}$
38.6900	2.327300	0.109730	1.000000	3.000000	3	111	4.031002
44.9031	2.018662	0.145849	1.329162	3.987486	4	200	4.037323
65.1648	1.431595	0.289995	2.642805	7.928415	8	220	4.049162
78.2360	1.221916	0.398060	3.627631	10.882893	11	311	4.052638
82.4270	1.170086	0.434105	3.956120	11.868360	12	222	4.053298



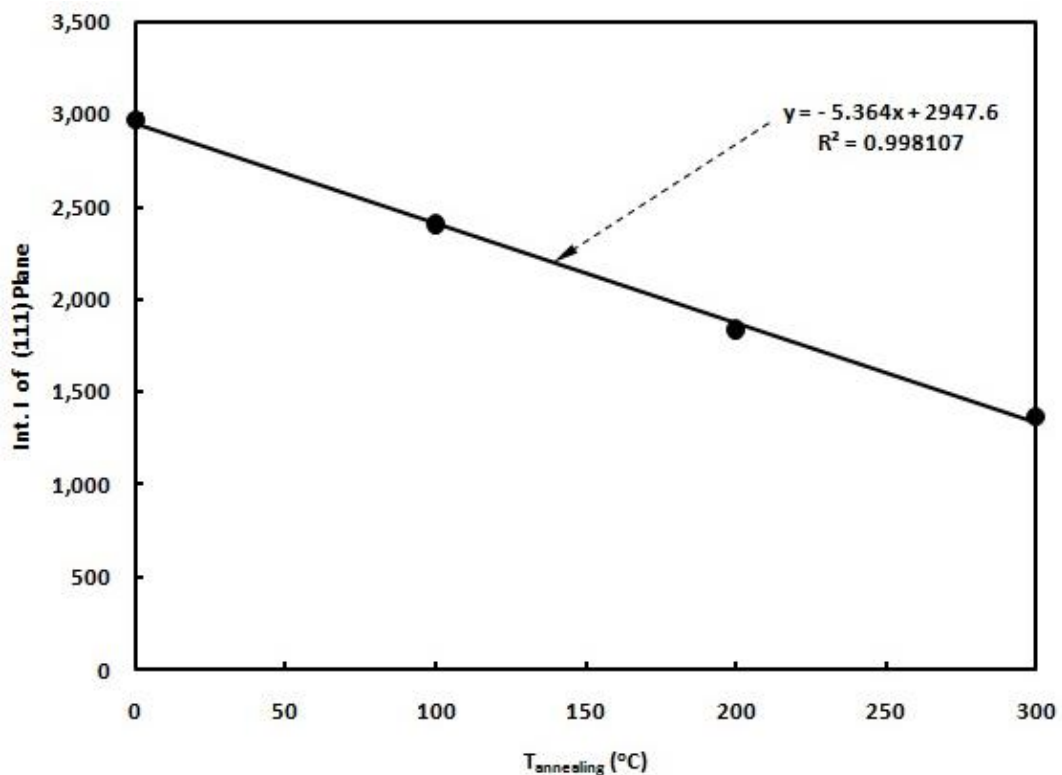
Gambar 1. Cuplikan pola-pola difraksi sampel Al-5052 dengan variasi temperatur *annealing* pasca ECAP. (a) Tanpa *annealing*. (b) Temperatur *annealing* 100 °C. (c) Temperatur *annealing* 200 °C. (d) Temperatur *annealing* 300 °C.

Bidang *superlattice* biasanya muncul setelah adanya perubahan dari kondisi lebih *disordered* menjadi lebih *ordered*. Dalam difraksi sinar-x, munculnya bidang yang baru akan diindikasikan dengan munculnya puncak difraksi yang baru. Dan, dalam pola difraksi sinar-x, selalu ada keseimbangan intensitas puncak difraksi, yaitu bila di satu titik muncul puncak difraksi baru atau hanya bertambah intensitasnya maka di titik lain akan terjadi penurunan intensitas pada puncak difraksi lain. Oleh karena itu, kita dapat gunakan prinsip ini dalam mendeteksi adanya puncak difraksi bidang *superlattice*. Caranya adalah pertama kita lihat terlebih dahulu ada tidaknya perubahan intensitas pada puncak difraksi

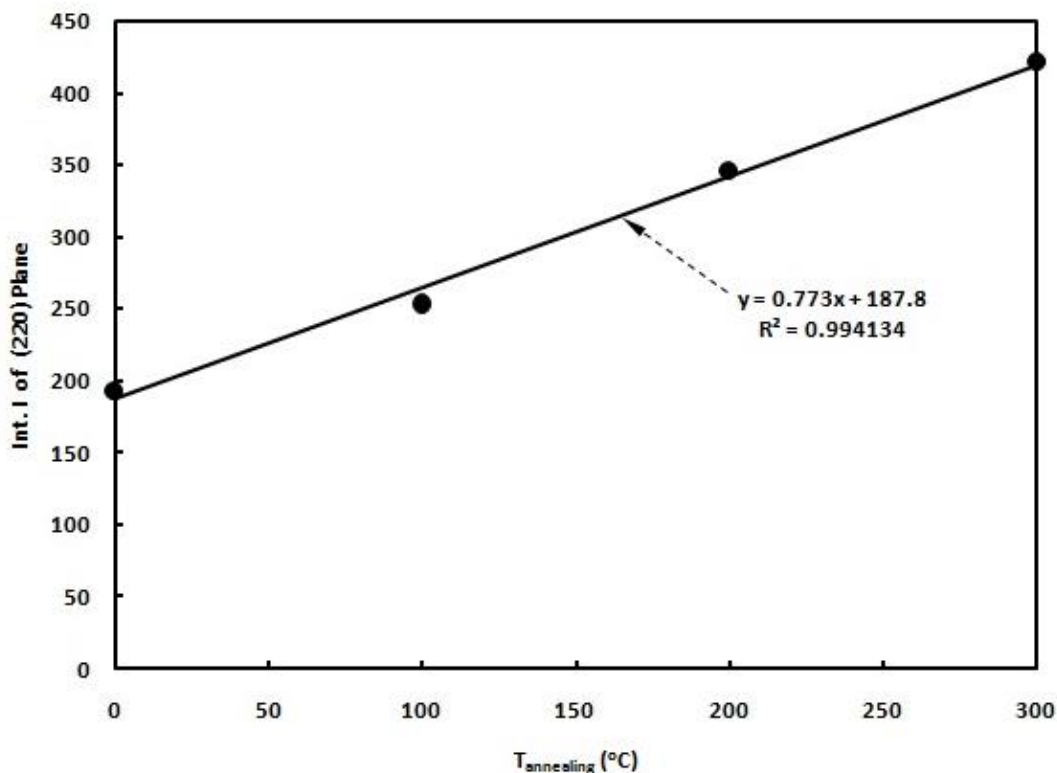
bidang fundamental akibat adanya perubahan temperatur *annealing* dengan pendekatan uji linier dengan menempatkan nilai *integrated intensity* (Int. I) sebagai fungsi dari temperatur *annealing* (lihat Gambar 2). Kemudian, plotkan menjadi sebuah grafik (lihat Gambar 2) dan tarik garis regresi liniernya. Dari garis regresi liniernya, lihat berapa nilai R^2 -nya. Bila nilai R^2 semakin mendekati satu, maka semakin tinggi korelasi antara absis (temperatur *annealing*) dan ordinat (Int. I). Bila kita lihat Gambar 2, nilai R^2 adalah 0.998107 yang menunjukkan adanya korelasi yang sangat kuat perubahan temperatur *annealing* terhadap perubahan nilai *integrated intensity*. Kemudian, kita perhatikan juga

bahwa semakin meningkat temperatur *annealing* menyebabkan semakin menurunnya nilai *integrated intensity*. Hal ini menunjukkan kemungkinan besar terdapat kondisi peningkatan nilai *integrated intensity* akibat peningkatan temperatur *annealing* di puncak difraksi yang lain. Untuk membuktikannya, kita uji semua puncak difraksi selain bidang (111) dengan uji linier pula. Dari semua uji linier yang dilakukan ini, ternyata ada satu puncak difraksi yang mengalami peningkatan nilai *integrated intensity* akibat peningkatan

temperatur *annealing*, yaitu puncak difraksi bidang (220) dengan nilai R^2 sebesar 0.994134 (lihat Gambar 3). Kondisi pada bidang (220) berbanding terbalik dengan bidang (111) sehingga menunjukkan pula bahwa penurunan nilai *integrated intensity* pada puncak difraksi bidang (111) disebabkan oleh adanya peningkatan nilai *integrated intensity* puncak difraksi bidang (220). Bidang *superlattice* memiliki nilai *integrated intensity* yang lebih rendah daripada bidang fundamental. Dan, pada kasus ini, bidang (220) memiliki nilai



Gambar 2. Kurva regresi linier *integrated intensity* sebagai fungsi dari temperatur *annealing* pada bidang (111).



Gambar 3. Kurva regresi linier *integrated intensity* sebagai fungsi dari temperatur *annealing* pada bidang (220).

integrated intensity yang lebih rendah dibandingkan bidang fundamental (111). Dengan demikian, dapat kita duga bahwa bidang (220) merupakan bidang *superlattice* pada semua sampel uji.

Setelah kita asumsikan bidang fundamental dan *superlattice* yaitu bidang (111) dan (220), sekarang kita fokus kepada struktur FCC, bidang (111) dan bidang (220) untuk menghitung nilai parameter *long-range order*. Untuk memudahkan analisis, ilustrasi ketiganya dapat kita lihat pada Gambar 4. Dengan memperhatikan Gambar 4, dapat kita lihat bahwa struktur FCC tersusun atas 14 titik atom dimana 8 titik atom menempati sudut-sudut kubik (*primitive site*) dan 6 titik atom menempati titik sentral dari bidang-bidang sisi (*face-centered site*). Satu titik atom pada *primitive site* berjumlah $1/8$ atom dan satu titik atom pada *face-centered site* berjumlah $1/2$ atom, sehingga bila dijumlahkan total terdapat 4 atom yang membentuk struktur FCC dalam satu unit sel.

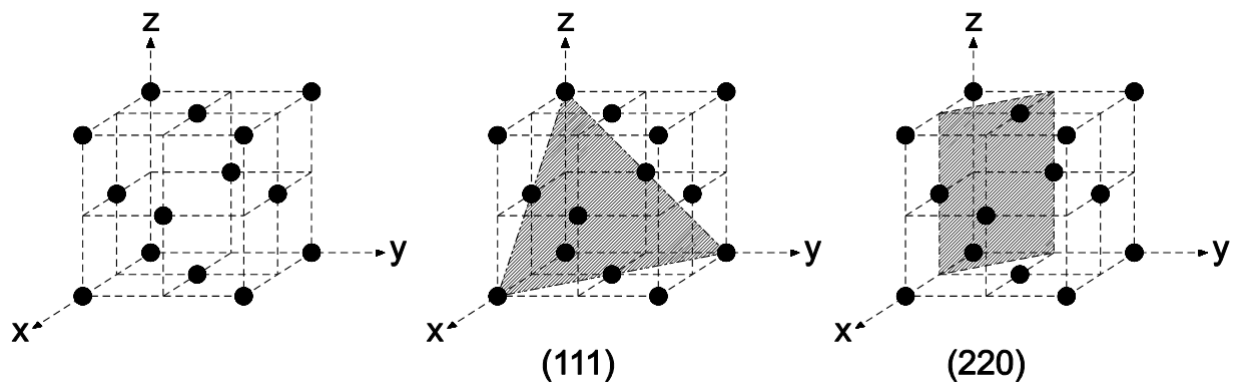
Dalam kasus Al-5052 ini, struktur basis yang digunakan adalah FCC dengan semua titik

atom diisi oleh atom Al. Namun, pada Al-5052 ini, tidak semua atom merupakan atom Al, karena mungkin saja atom-atom lain seperti Mg, Si, Fe, Cu, Mn, Zn, V, dan Cr menempati titik-titik atom tersebut. Pada struktur FCC paduan Al-5052 ini, dapat kita asumsikan kondisi *ordered* adalah kondisi dimana semua titik-titik atom terisi semua baik oleh atom Al atau pun atom lainnya (dengan jumlah atom Al yang lebih dominan tentunya) hingga menyerupai struktur basis FCC milik Al murni (tanpa paduan). Sementara itu, dapat kita asumsikan kondisi *disordered* adalah kondisi saat beberapa titik atom struktur FCC ideal belum terisi sehingga tidak dapat membentuk bidang *superlattice*. Pada kondisi sampel uji yang kita gunakan, bidang *superlattice* selalu muncul, namun berbeda-beda nilai *integrated intensity*-nya. Dalam hal ini, diduga bidang (220) tetap terbentuk namun ada pada kondisi *partially ordered*. Idealnya, bila kondisi *ordered*, bidang (220) akan tersusun oleh dua atom yang menempati posisi koordinat $(1/2, 0, 1/2)$ dan $(0, 1/2, 1/2)$. Sementara dalam kondisi *partially ordered* pada kasus ini, bidang (220) yang terbentuk tersusun dari dua atom yang menempati *site* yang berkoordinat

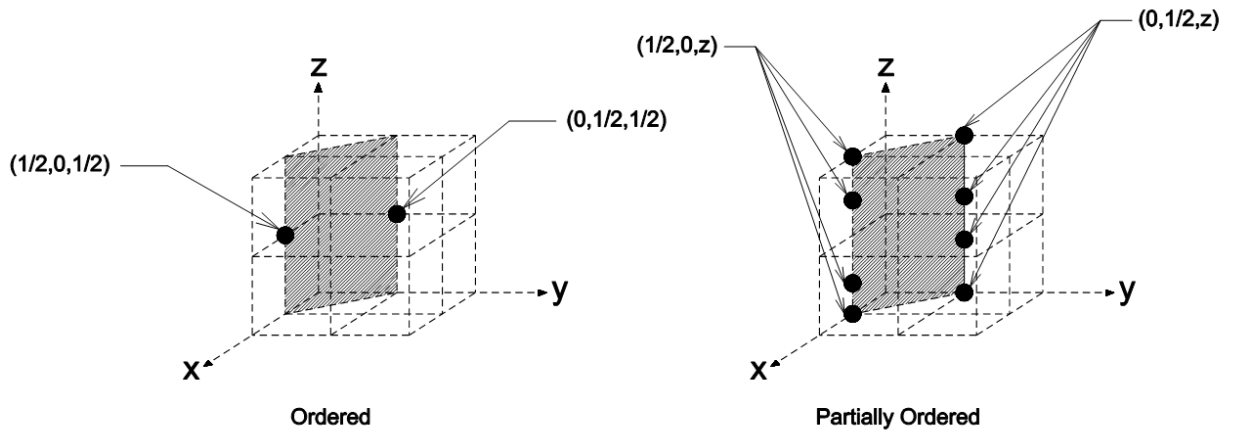
bukan $(1/2,0,1/2)$ dan $(0,1/2,1/2)$ namun masih dalam satu lintasan, yaitu $(1/2,0,z)$ dan $(0,1/2,z)$, atau hanya bervariasi di koordinat sumbu-z saja namun tetap pada posisi $(x,y) = (1/2,0)$ dan $(0,1/2)$ (lihat Gambar 5). Kondisi inilah yang menyebabkan perbedaan nilai *integrated intensity* pada bidang *superlattice* (220). Bila semakin dekat koordinat atom pada sumbu-z dengan $z = 1/2$ sehingga makin mendekati *site* pada koordinat $(1/2,0,1/2)$ atau $(0,1/2,1/2)$, maka kondisi *ordered* semakin dekat dan hal tersebut berimplikasi pada meningkatnya nilai *integrated intensity* bidang (220). Hal sebaliknya, yaitu bila koordinat atom pada sumbu-z semakin jauh dari $z = 1/2$, maka kondisi yang tercapai semakin lebih *disordered* sehingga efeknya adalah nilai *integrated intensity* menjadi lebih kecil dari kondisi *ordered*.

Lalu, mengapa kondisi *ordered-disordered* menyebabkan perbedaan *integrated intensity* pada pola difraksi? Hal itulah yang perlu kita telaah juga. Untuk menjelaskan hal ini, pertama kita perhatikan Gambar 6. Dari Gambar 6 ini, kita bayangkan sinar-x datang untuk mendifraksikan bidang kristal dengan arah yang sejajar dengan salah satu sudut pandang. Pada sudut pandang ini, sinar-x

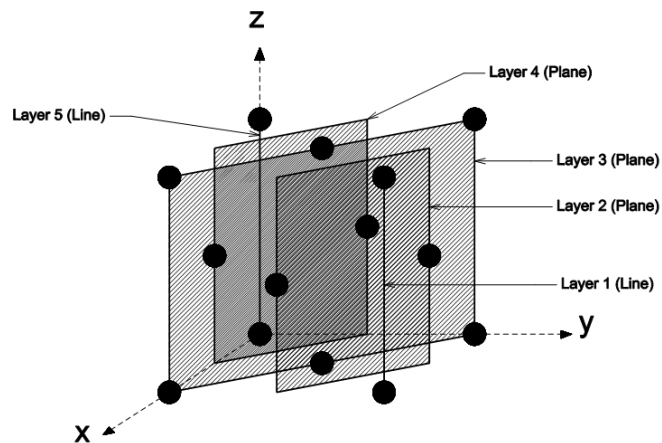
diasumsikan datang tegak lurus terhadap bidang (220). Kemudian kita bayangkan dengan arah datangnya sinar-x seperti itu, terdapat 5 *layer* imajiner yang dapat dibedakan pada struktur FCC (lihat ilustrasi *layer-layer* tersebut pada Gambar 6). Gabungan dari 5 lapis *layer* imajiner ini akan sulit dibedakan satu sama lain bila dilihat dari sudut pandang tersebut. Gabungan dari kelima *layer* tersebut akan terlihat seperti ilustrasi titik-titik atom paling atas pada Gambar 7. Bidang fundamental (111) merupakan gabungan dari dua lapis *layer* imajiner, yaitu *layer* 3 dan *layer* 5. Sementara bidang *superlattice* berada pada *layer* 4. Dengan kondisi ini, kajian kita fokuskan pada tiga lapis *layer* imajiner saja yaitu *layer* 3, *layer* 4, dan *layer* 5. Kemudian kita perhatikan kembali Gambar 7. Dari Gambar 7 dapat kita lihat susunan titik-titik atom dari 5 lapis *layer* secara keseluruhan akan terlihat sama dengan gabungan 3 lapis *layer* (*layer* 3, *layer* 4, dan *layer* 5). Sekarang mari kita fokuskan kembali pada gabungan 3 lapis *layer* (*layer* 3, *layer* 4, dan *layer* 5), dari sudut pandang ini, sinar-x tidak akan dapat membedakan mana atom-atom penyusun bidang (111) dan mana atom-atom penyusun bidang (220) pada kondisi *disordered*. Lalu, pada kondisi *disordered* ini, sinar-x akan



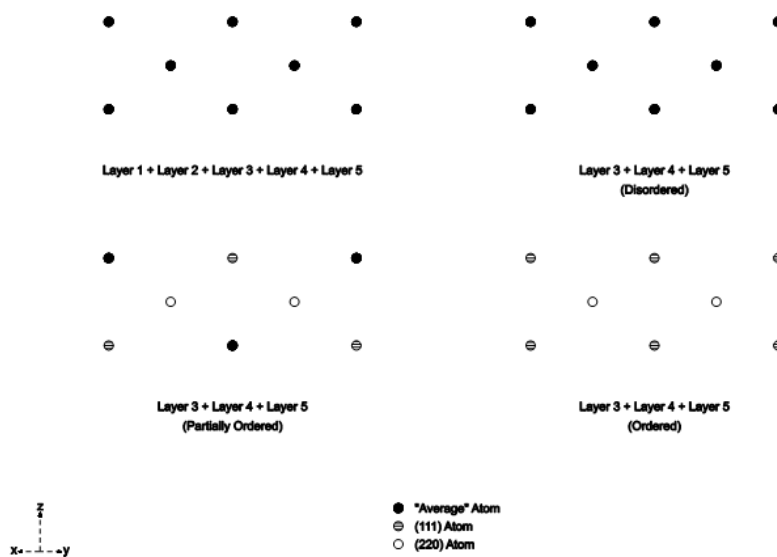
Gambar 4. Struktur *face-centered cubic* (FCC) dalam satu unit sel beserta posisi bidang-bidang (111) dan (220).



Gambar 5. Ilustrasi kondisi *ordered-partially ordered* pada bidang *superlattice* (220) struktur FCC logam paduan Al-5052.



Gambar 6. Ilustrasi *layer-layer* imajiner pada struktur FCC dalam salah satu sudut pandang.



Gambar 7. Ilustrasi susunan titik-titik atom dalam sistem FCC dalam salah satu sudut pandang.

menganggap baik atom-atom penyusun bidang (111) maupun bidang (220) berada pada satu layer yang sama. Dengan kondisi tersebut, sinar-x akan menganggap atom-atom tersebut membentuk bidang (111) dalam satu layer yang sama. Inilah yang menyebabkan bila kondisi *disordered*, hanya puncak difraksi bidang (111) saja yang nampak. Berbeda halnya bila kondisi *ordered* dimana sinar-x dapat membedakan dengan jelas antara atom-atom penyusun bidang (111) dan bidang (220) sehingga pada pola difraksinya akan muncul kedua puncak difraksi (111) dan (220) sekaligus. Sementara itu, pada kondisi *partially ordered*, sebagian atom akan terlihat tidak dapat ditentukan apakah milik bidang (111) atau (220) dan sebagian lagi dapat dibedakan mana atom milik bidang (111) dan mana atom milik bidang (220), sehingga meskipun sejatinya terdapat bagian yang *disordered*, puncak difraksi bidang (111) dan bidang (220) akan tetap muncul sekaligus.

Kriteria *ordered*, *disordered*, dan *partially ordered* kemudian diukur dari nilai parameter *long-range order* (s). Nilai s dihitung dari akar

kuadrat s^2 dan s^2 sendiri dihitung dari persamaan berikut [12]

$$s^2 = \frac{I_s(\text{disordered})/I_f(\text{disordered})}{I_s(\text{ordered})/I_f(\text{ordered})} \dots (1)$$

dimana I_f merupakan *integrated intensity* pada bidang fundamental dan I_s merupakan *integrated intensity* pada bidang *superlattice*. Persamaan (1) membandingkan rasio antara kondisi *disordered* dengan *ordered*. Untuk kondisi *partially ordered*, rasio pada Persamaan (1) tinggal diubah dengan membandingkan kondisi *partially ordered* dengan *ordered*. Sayangnya, sampel-sampel uji yang digunakan berada pada kondisi *partially ordered* sehingga kita tidak mempunyai data *integrated intensity* pada kondisi *ordered*. Namun, bukan berarti perhitungan menggunakan Persamaan (1) tidak dapat dilakukan. Persamaan (1) tetap dapat dikalkulasikan dengan menggunakan data difraksi kondisi *ordered*. Data difraksi yang kita gunakan sebagai asumsi kondisi *ordered* adalah ICDD (PDF4+ No. 00-004-0787).

Tabel 5. Hasil kalkulasi perhitungan parameter *long-range order* (s) pada sampel tanpa *annealing*.

Sampel	I_{111} (fundamental)	I_{220} (<i>superlattice</i>)	s
Observasi	100.000000	6.540796	0.545260
Referensi	100.000000	22.000000	

Tabel 6. Hasil kalkulasi perhitungan parameter *long-range order* (s) pada sampel *annealing* 100 °C.

Sampel	I_{111} (fundamental)	I_{220} (<i>superlattice</i>)	s
Observasi	100.000000	10.570121	0.693152
Referensi	100.000000	22.000000	

Tabel 7. Hasil kalkulasi perhitungan parameter *long-range order* (s) pada sampel *annealing* 200 °C.

Sampel	I_{111} (fundamental)	I_{220} (<i>superlattice</i>)	s
Observasi	100.000000	18.845316	0.925530
Referensi	100.000000	22.000000	

Tabel 8. Hasil kalkulasi perhitungan parameter *long-range order* (s) pada sampel *annealing* 300 °C.

Sampel	I_{111} (fundamental)	I_{220} (<i>superlattice</i>)	s
Observasi	100.000000	30.797367	1.183165
Referensi	100.000000	22.000000	

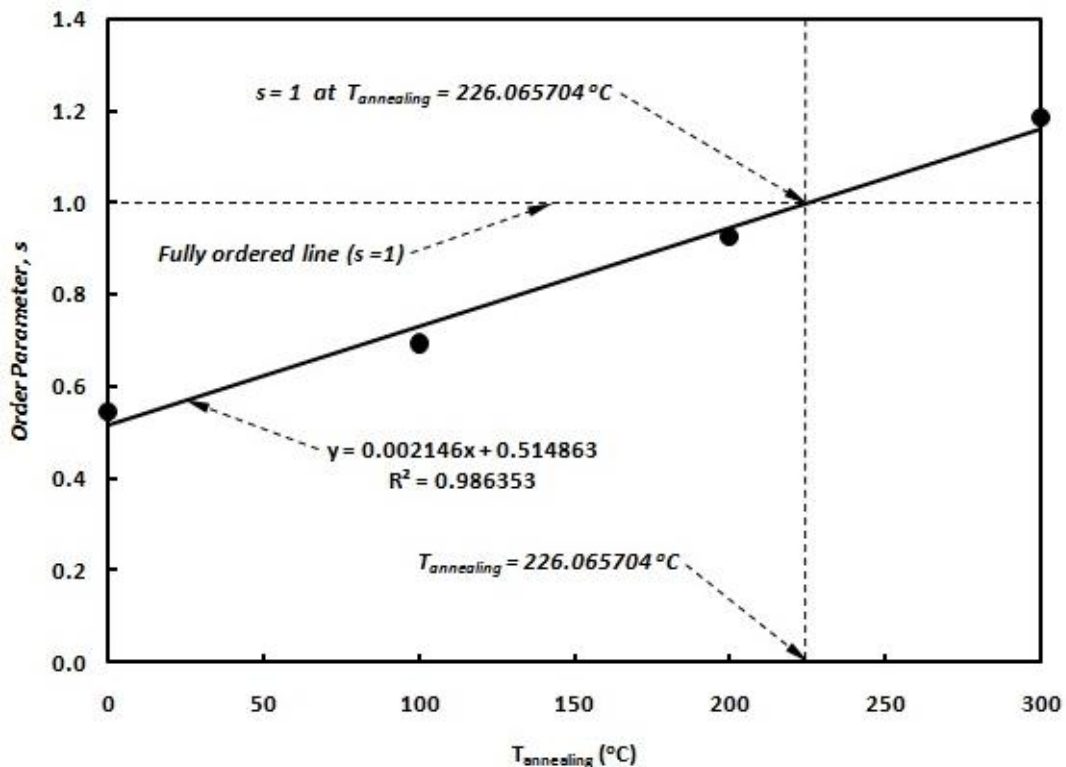
Kemudian, pada basis data ICDD (PDF4+ No. 00-004-0787) tidak dicantumkan nilai *integrated intensity*, tetapi nilai intensitas

relatifnya, yaitu nilai *integrated intensity* tertinggi dianggap 100. Untuk menyetarakan dalam perhitungan menggunakan Persamaan

(1), maka nilai *integrated intensity* bidang fundamental (111) dan *superlattice* (220) pada sampel-sampel juga kita konversikan menjadi relatif dengan menganggap juga nilai *integrated intensity* milik bidang fundamental (111) bernilai 100. Dengan menggunakan asumsi demikian, maka kalkulasi s^2 menggunakan Persamaan (1) dapat dilakukan sehingga kita bisa menentukan nilai s pada masing-masing sampel. Hasil perhitungan nilai s pada tiap-tiap sampel sendiri dapat dilihat pada Tabel 5, Tabel 6, Tabel 7, dan Tabel 8. Nilai s menentukan kriteria *order-disorder*. Bila nilai $s = 0$ berarti kondisi adalah *disordered* dan bila $s = 1$ berarti kondisi adalah *fully ordered*. Sementara itu, bila nilai s berada diantara 0 dan 1, maka kondisi adalah *partially ordered*.

Perlu diingat kembali, bahwa dalam perhitungan s kita menggunakan berbagai asumsi, sehingga kita tidak boleh menganggap nilai s yang diperoleh sebagai nilai sesungguhnya. Namun, nilai-nilai s yang kita peroleh dapat kita gunakan untuk membandingkan tingkat *order-disorder* antar

sampel satu sama lain. Bila kita plot-kan nilai-nilai s hasil kalkulasi sebagai fungsi dari temperatur *annealing* dalam sebuah grafik linier dan kemudian kita tarik garis regresi liniernya, maka kita akan melihat korelasi yang signifikan antara s dan temperatur *annealing* dengan nilai R^2 sebesar 0.986353 (lihat Gambar 8). Bila kita lihat grafik pada Gambar 8, kita akan lihat bahwa terdapat kecenderungan struktur FCC sampel Al-5052 akan semakin *ordered* dengan semakin tingginya temperatur *annealing*. Dari keempat sampel uji Al-5052, sampel dengan perlakuan *annealing* pasca ECAP pada temperatur 300 °C merupakan sampel yang paling *ordered* dibandingkan sampel-sampel yang lain. Sementara itu, sampel-sampel dengan temperatur *annealing* pasca ECAP dibawah 300 °C cenderung dalam kondisi lebih *partially ordered*. Bila kita perhatikan kembali Tabel 8, nilai s pada perlakuan temperatur *annealing* 300 °C bernilai diatas 1. Hal ini menunjukkan bahwa pada temperatur *annealing* 300 °C kondisi sudah stabil *ordered*. Kemudian, kita dapat menentukan pada temperatur *annealing*



Gambar 8. Kurva regresi linier *order parameter* sebagai fungsi dari temperatur *annealing*.

berapa sebenarnya struktur FCC Al-5052 tepat mulai *ordered*, yaitu pada saat nilai $s = 1$. Kembali kita lihat Gambar 8, persamaan linier yang diperoleh adalah $y = 0.002146 x +$

0.514863 , dengan x adalah temperatur *annealing* dan y adalah parameter *order* (s). Dengan persamaan linier tersebut, dapat kita hitung nilai temperatur *annealing* pada saat $s =$

1. Dan, nilai temperatur *annealing* pasca ECAP untuk memperoleh $s = 1$ yang diperoleh adalah 226.065704 °C. Hal ini berarti bahwa struktur FCC Al-5052 akan mengalami perbaikan *occupancy* hingga mencapai kondisi *fully ordered* hingga temperatur *annealing* 226.065704 °C dan akan stabil pada kondisi *fully ordered* setelah melewati temperatur *annealing* 226.065704 °C.

KESIMPULAN

Proses perlakuan *annealing* pasca ECAP dapat memperbaiki struktur FCC pada logam paduan Al-5052 menjadi lebih *ordered*. Untuk mengontrol kualitas struktur kristal FCC pada logam paduan Al-5052 yang mengalami perlakuan *annealing* pasca ECAP dapat dilakukan dengan membandingkan nilai parameter *long-range order* antar sampel uji Al-5052 satu sama lain dalam satu sudut pandang saja. Metode ini hanya dianjurkan untuk membandingkan kualitas struktur FCC antar sampel uji Al-5052 saja dan tidak dianjurkan untuk menentukan nilai mutlak parameter *long-range order*.

Pada contoh kasus, dengan bidang fundamental (111) dan bidang *superlattice* (220), hasil analisis menunjukkan prediksi *fully ordered* sampel Al-5052 yang diberi perlakuan ECAP dapat tercapai pada temperatur *annealing* 226.065704 °C.

UCAPAN TERIMAKASIH

Ucapan terima kasih ditujukan kepada Pusat Penelitian Metalurgi dan Material-LIPI selaku pihak yang menyediakan sampel uji Al-5052 dan pemrosesan ECAP serta *annealing* pasca ECAP pada sampel uji, UIN Syarif Hidayatullah selaku tempat pengujian XRD, dan Pusat Penelitian Fisika-LIPI selaku pihak yang menyediakan perangkat lunak *Rigaku PDXL* untuk kalkulasi data XRD. Ucapan terima kasih secara khusus ditujukan kepada Priambodo, S.Si.dari UIN Syarif Hidayatullah atas bantuannya sebagai operator XRD.

DAFTAR PUSTAKA

- A. Zi, I. Stulikova and B. Smola. "Response of Aluminum Processed by Extrusion Preceded ECAP to Isochronal Annealing", *Materials Science and Engineering A* 527, No. 6 (2010) 1469-1472.
- C. Suryanarayana and M. Grant Norton. *X-ray Diffraction: a Practical Approach*. New York: Plenum Press, 1998.
- C. Xu and T. G. Langdon. "The Development of Hardness Homogeneity in Aluminum and an Aluminum Alloy Processed by ECAP", *Journal of Materials Science* 42, No. 5 (2007): 1542-1550.
- E. A. El-Danaf, M. S. Soliman and A. A. Almajd. "EBSD Investigation of the Microstructure and Microtexture Evolution of 1050 Aluminum Cross Deformed from ECAP to Plane Strain Compression", *Journal of Materials Science* 46, No. 10 (2011): 3291-3308.
- ICDD. *PDF4+ No. 00-004-0787*. International Centre for Diffraction Data, 2015.
- K. Hamad, H. W. Yang and Y. G. Ko. "Interpretation of Annealing Texture Changes of Severely Deformed Al-Mg-Si Alloy", *Journal of Alloys and Compounds* 687 (2016): 300-305.
- M. Kawasaki and T. G. Langdon. "The Development of Internal Cavitation in a Superplastic Zinc-Aluminum Alloy Processed by ECAP", *Journal of Materials Science* 43 (2008): 7360-7365.
- M. Zha, Y. J. Li, R. Mathiesen, R. Bjørge, and H. J. Roven. "Microstructure, Hardness Evolution and Thermal Stability of Binary Al-7Mg Alloy Processed by ECAP with Intermediate Annealing", *Transactions of Nonferrous Metals Society of China* 24 (2014): 2301-2306.
- P. R. Cetlin, M. T. P. Aguilar, R. B. Figueiredo and T. G. Langdon. "Avoiding Cracks and Inhomogeneities in Billets Processed by ECAP", *Journal of Materials Science* 45 (2010): 4561-4570.
- S. Sabbaghianrad and T. G. Langdon. "An Evaluation of the Saturation Hardness in an Ultrafine-Grained Aluminum 7075 Alloy Processed Using Different Techniques", *Journal of Materials Science* 50, No. 12 (2015): 4357-4365.
- X. Tong, H. Miyamoto and T. Uenoya. "Equal-Channel Angular Pressing as a New Processing to Control the Microstructure and Texture of Metallic Sheets", *Materials Sciences and Applications* 3 (2012): 600-605.

Y. Duan, L. Tang, G. F. Xu, Y. Deng and Z. M. Yin. "Microstructure and Mechanical Properties of 7005 Aluminum Alloy Processed by Room Temperature ECAP and Subsequent Annealing", *Journal of Alloys and Compounds* 664 (2016): 518-529.

Y. H. Cao, L. Z. He, Y. Z. Zhou, P. Wang and J. Z. Cui. "Contributions to Yield Strength in an Ultrafine Grained 1050 Aluminum Alloy After DC Current Annealing", *Materials Science and Engineering A* 674 (2016): 193-202.