

# Analisa Rietveld terhadap Transformasi Fasa ( $\alpha \rightarrow \beta$ ) pada *Solid Solution* Ti-3 at.% Al pada Proses *Mechanical Alloying* dengan Variasi *Milling Time*

Puguh Christianto dan Hariyati Purwaningsih

Jurusan Teknik Material dan Metalurgi, Fakultas Teknologi Industri, Institut Teknologi Sepuluh Nopember (ITS)

Jl. Arief Rahman Hakim, Surabaya 60111

E-mail: hariyati@mat-eng.its.ac.id

**Abstrak**—Dalam sebuah inovasi proses, khususnya transformasi fasa paduan serbuk Ti-3 at.% Al, terdapat metode-metode perlakuan yang diberikan untuk mentransformasikan fasa, salah satunya adalah dengan perlakuan mekanik. Dalam hal ini, perlakuan mekanik yang akan diberikan untuk mentransformasikan fasa paduan serbuk Ti-3 at.% Al adalah menggunakan proses *mechanical alloying*. Penelitian ini menganalisa pengaruh *milling time* terhadap transformasi fasa ( $\alpha \rightarrow \beta$ ) pada *solid solution* Ti dengan penguat Al pada komposisi Ti-3 at.% Al. Paduan serbuk Ti-3 at.% Al disintesa dengan proses *mechanical alloying* variasi *milling time* 5, 9, dan 12 jam menggunakan ball mill berkecepatan 900rpm, dengan perbandingan bola *milling* dan serbuk sebesar 10:1, dan dikerjakan dalam kondisi atmosfer Argon. Paduan serbuk hasil *milling* kemudian dilakukan analisis XRD, SEM, untuk melihat perubahan struktur kristal, morfologi butiran paduan serbuk, serta untuk mengetahui fasa-fasa transisi dari Ti-3 at.% Al. Hasil penelitian menunjukkan adanya transformasi fasa ( $\alpha \rightarrow \beta$ ) pada *solid solution* Ti dengan penguat Al pada proses *mechanical alloying*. Dan kemudian dilakukan analisis lebih lanjut data keluaran XRD untuk menyajikan optimasi data berupa ukuran kristal dan pergeseran parameter kisi akibat adanya transformasi fasa, serta identifikasi terbentuknya fasa yang saling bertumpukkan.

**Kata Kunci**—Ti-Al, *milling time*, XRD, analisa Rietveld

## I. PENDAHULUAN

PERKEMBANGAN teknologi rekayasa material memungkinkan untuk menciptakan material dengan spesifikasi terbaik sesuai dengan kebutuhan. Rekayasa bisa dilakukan dengan membentuk suatu fasa tertentu pada suatu material. Misalnya adalah dengan menggunakan metode *mechanical alloying*. transformasi fasa suatu material paduan dapat terjadi akibat beberapa perlakuan, yakni perlakuan panas [1] atau perkakuan mekanik.

*Mechanical Alloying* (MA) merupakan metode metalurgi serbuk dengan melibatkan dua serbuk penyusun dengan distribusi ukuran yang heterogen yang akan mempengaruhi sifat material serta mekanisme pembentukan fasa suatu material. Proses tersebut menghasilkan perubahan ukuran butir dan ukuran kristal, sehingga homogenitas material menjadi lebih baik dan mengurangi terjadi porositas. *Mechanical alloying* dapat digunakan untuk menghasilkan

fasa amorfus yang berbeda, senyawa intermetalik, *solid solution*, atau paduan *nanocrystalline* [2].

Seperti Penelitian Aditya (2011) mengenai sintesis paduan serbuk Mg-2 at.% Al dengan *Mechanical Alloying* pada peralatan HEM E3D, BPR 10:1, kondisi argon atmosfer, kecepatan 1400 Hz selama 3 jam, telah terjadi transformasi fasa membentuk fasa tunggal  $\delta$ -Mg (larutan padat). [3]

Salah satu analisa lanjut untuk mengetahui karakter fisis material secara kuantitatif berdasarkan data difraksi sinar-x adalah analisa Rietveld [4]. Analisa Rietveld adalah sebuah analisis lanjut untuk mengetahui karakter fisis material secara kuantitatif ber-dasarkan data difraksi sinar-x.

Untuk difraksi sinar-X, sampel disediakan dengan ukur berbentuk serbuk. Peralatan yang digunakan adalah XRD Philips model 1710. difraksi sinar-x dicetak pada kertas dengan sumber pancaran radiasi Cu Ka dan dengan filter nikel. Analisis XRD berdasarkan difraksi terhadap bahan standar silikon dengan sudut,  $q$ , 14.233 o dan spektrum difraksi pada orientasi (111). Data difraksi sinar-X daripada sampel dibandingkan dengan kartu JCPDS [5].

Analisis Rietveld adalah suatu metode pencocokan antara kurva teoritis dengan kurva eksperimen sampai terdapat kesesuaian antara kedua kurva secara keseluruhan. Kurva eksperimen (observasi) adalah susunan pola-pola antara sudut difraksi (2 $\theta$ ) dengan intensitasnya yang di dapatkan dari alat difraksi sinar-X (XRD). Kurva teoritis (kalkulasi) adalah kurva yang didapatkan dari hasil analisis Rietveld. Kesesuaian ke dua kurva diusahakan dengan metode kuadrat terkecil (least square) yang dilakukan secara berulang-ulang (iterasi) sehingga terdapat kecocokan antara ke dua kurva yang berarti terdapat kecocokan antara data yang diamati dengan data kalkulasi [6]. Ada berbagai macam program komputer untuk menganalisis data difraksi tersebut, misalnya dengan *software* Rietica, Fulprof, MAUD dll. Di dalam analisis Rietveld ini dilakukan panghalusan (*refinement*) parameter-parameter sebuah model yang disusun berdasarkan interpretasi struktur kristal untuk dicocokkan dengan data terukur sehingga tercapai nilai selisih kuadrat minimal. Model dibuat dari database kristalografi yang dipilih dari data ICSD. Dengan memanfaatkan parameter keluaran *software* tersebut dapat menganalisis komposisi fasa serta perhitungan

fraksi berat absolut. Selain itu dari hasil analisis Rietveld ini juga dapat menentukan ukuran kristal dengan menggunakan persamaan Scherrer [7].

Penelitian berusaha untuk menyajikan optimasi data mengenai transformasi fasa  $\alpha$  menjadi  $\beta$  pada proses *mechanical alloying* Ti dengan penguat Al pada komposisi Ti-3 at.% Al berupa perubahan struktur kristal, parameter kisi, dan identifikasi fasa menggunakan metode analisa rietveld untuk mengkaji pengaruh variasi milling time terhadap pada *solid solution* Ti dengan penguat Al pada komposisi Ti-3 at.% Al.

Pembentukan fasa  $\beta$  dimaksudkan untuk memperbaiki sifat mekanik dari Ti. Dimana paduan alpha yang mengandung 5% Al dan 2,5% Sn. Paduan alpha yang memiliki struktur butir  $\alpha$  Widmanstätten [8] ditransformasikan menjadi struktur metastabil yang terdiri semuanya dari  $\beta$ .

Kelebihan metode Rietveld adalah kemampuan menganalisis data keluaran XRD dengan mencocokkan lebih dari 1 fasa yang ada sekaligus dan mampu mengidentifikasi fasa yang saling bertumpukkan (*overlapping*), [9] dalam hal ini adalah pembentukan fasa Ti- $\alpha$  dan fasa Ti- $\beta$ .

Seperti pada penelitian Keba, Lia, dan Zufar (2003) [10] mengenai analisa komposisi fasa dengan metode Rietveld dan pengaruhnya terhadap kekerasan nanokomposit Ti-Si-N. Data XRD dari nanokomposit Ti-Si-N telah dianalisa menggunakan program GSAS berbasis metode Rietveld untuk mengidentifikasi fasa-fasa pembentuk serta komposisinya dan mencari pengaruhnya terhadap kekerasan materia l tersebut. Analisa data XRD yang dilakukan menggunakan perangkat lunak GSAS, mengidentifikasi adanya fasa-fasa selain TiN dan TiSi<sub>2</sub> yaitu  $\epsilon$ -Ti<sub>2</sub>N,  $\delta$ '-Ti<sub>2</sub>N, TiSi, dan Ti<sub>5</sub>Si<sub>3</sub>. Dan fasa-fasa tersebut tidak memiliki kaitan langsung nilai kekerasan dengan keberadaan fasa-fasa dalam nanokomposit ini. Maka dilakukan refinement (pemurnian) untuk mengetahui terbentuknya fasa TiN dan TiSi<sub>2</sub>.

Kemudian pada penelitian Sahriar (2009) [11] Telah dilakukan analisis data difraksi sinar-X pada campuran batu kapur CaCO<sub>3</sub>-MgO (25% berat MgO) dengan jangkau sudut 10°-90° dan didapatkan puncak kembar pada fasa dolomit. Analisis dilakukan menggunakan Rietica dan MAUD yang merupakan perangkat lunak berbasis Rietveld. Untuk menguji kesesuaian data maka dilakukan perbandingan pengujian Rietica dengan menggunakan satu dolomit dan dua dolomit. Hasil yang didapat dari Rietica menunjukkan kesesuaian antara data terukur dengan terhitung dengan menggunakan dua dolomit.

Dari penelitian-penelitian tersebut, telah diketahui bahwa analisa rietveld mampu memberikan optimasi data difraksi sinar-X pada transformasi fasa material yang mendasari penelitian ini untuk menggunakan metode tersebut untuk mengetahui terbentuknya fasa Ti- $\beta$  pada transformasi fasa (Ti- $\alpha$ →Ti- $\beta$ ) untuk paduan serbuk Ti-3 at.% Al.

## II. URAIAN PENELITIAN

### A. Bahan

Preparasi awal material menggunakan serbuk Ti (Merck, kemurnian 99,7%), Al (Merck, kemurnian 90%). PCA yang digunakan ketika *milling* adalah ethanol (kemurnian 90%). Gas argon digunakan saat proses pemanasan.

### B. Metode

*Milling* dilakukan dengan menggunakan alat *Modification Horizontal Ball Mill* dengan kecepatan 933rpm. Furnace yang digunakan adalah model *Tube Furnace*. Proses pemanasan dilakukan dalam keadaan vakum dengan dialiri gas argon.

### C. Preparasi Sampel

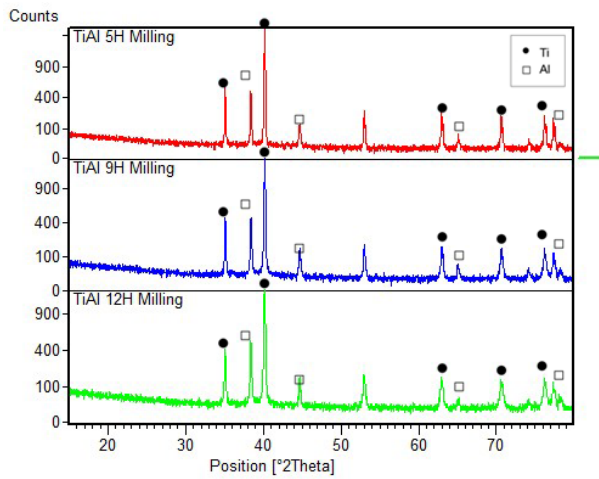
Serbuk Ti dan Al dicampur, penambahan PCA berfungsi untuk mengurangi efek *cold welding* ketika milling. Penambahan ini dilakukan sebelum serbuk dimilling. Serbuk dimilling dengan kecepatan 933 rpm dan dengan variasi waktu 5, 9, 12, jam. Setelah proses milling, serbuk dikeringkan untuk menghilangkan ethanol pada serbuk. Proses selanjutnya adalah dilakukan *sintering* dengan temperatur 1000°C dan *holding time* selama 5 jam dan dalam lingkungan Argon untuk menghindari terbentuknya oksida pada spesimen.

## III. DATA DAN PEMBAHASAN

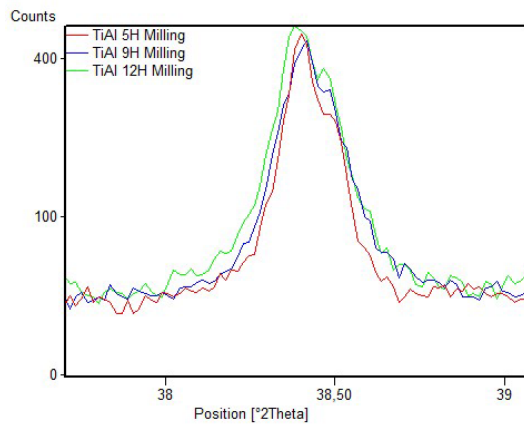
### A. Hasil Uji XRD Mechanical Alloying

Pengujian XRD dilakukan dengan metode pengujian difraksi serbuk menggunakan Phillips X'Pert MPD System dengan mengambil serbuk hasil *Mechanical Alloying* sebanyak 1 gram. Pengukuran difraksi sinar-X dilakukan pada rentang sudut 5°-90° menggunakan panjang gelombang CuK $\alpha$  sebesar 1.54056Å. Spesimen serbuk *Mechanical Alloying* variasi *Milling Time* menunjukkan data XRD seperti ditunjukkan pada Gambar 1.

Gambar 2 menunjukkan kurva hasil uji XRD serbuk hasil *Mechanical Alloying* pada tiap-tiap variabel *Milling Time*. Berdasarkan tampilan kurva dan data puncak pada tabel, diambil *manual range* puncak yang terbentuk yakni antara 2 $\theta$  38°- 39° yang mengacu pada data dimiliki JCPDF 44-1288, adalah puncak tertinggi kedua terbentuknya  $\beta$ -TiAl. Pada perbandingan tiga kurva tersebut menunjukkan adanya *peak broadening* atau pelebaran kurva pada puncak difraksi pada tiap-tiap variasi *Milling Time* yang ditunjukkan pada gambar 2. Pelebaran kurva tersebut semakin besar pada tiap-tiap variasi *Milling Time* dengan pelebaran tertinggi pada variasi *Milling Time* 12 jam. hal tersebut mengindikasikan bahwa telah terjadi tegangan dalam (*microstrain*) pada partikel serbuk akibat proses *Mechanical Alloying*. Hal membuktikan bahwa proses *Mechanical Alloying* sudah mampu memberikan energi untuk merubah parameter kisi dan struktur kristal dari partikel serbuk serta mengindikasikan pengaruh lama *Milling Time* terhadap transformasi fasa serbuk. Namun dalam hal ini proses *mechanical alloying* masih belum menghasilkan  $\beta$ -TiAl.



Gambar. 1. Hasil Uji XRD Serbuk Hasil Mechanical Alloying pada Variabel Milling Time: ■ 5 Jam, ■ 9 Jam, ■ 12 Jam.



Gambar. 2. Peak broadening dan pergeseran sudut difraksi puncak kurva Uji XRD Serbuk Hasil Mechanical Alloying pada Variabel Milling Time: ■ 5 Jam, ■ 9 Jam, ■ 12 Jam.

Tabel. 1  
Analisa data XRD hasil Mechanical Alloying

Sampel	Identifikasi Fasa	2θ (°)	Peak Integ.	FWHM
Milling Time 5 jam	Ti	40,1628	12658,80	0,0907
	Al	38,4892	1461,30	0,0907
Milling Time 9 jam	Ti	40,1673	12693,2	0,1231
	Al	38,427	5980,5	0,1914
Milling Time 12 jam	Ti	40,1406	12401,1	0,1475
	Al	38,4903	2291,6	0,1329

Tabel 2  
Analisa data XRD hasil Refining.

Sampel	Rp(%)	Rwp(%)	Rexp(%)	GoF(%)
Milling time 5 jam	34,2	43,1	17,9	1,7
Milling time 9 jam	16,2	21,3	17,4	1,5
Milling time 12 jam	16,0	0,84	17,6	1,49

Kemudian kurva tersebut menunjukkan pergeseran sudut difraksi pada masing-masing variabel *Milling Time*. Puncak yang terbentuk pada tiap-tiap variabel mengalami pergeseran mendekati  $2\theta$   $38,51^\circ$  yang bila mengacu pada data dimiliki JCPDF 44-1288, adalah puncak tertinggi kedua terbentuknya  $\beta$ -TiAl. Hal tersebut memperlihatkan bahwa energi yang diberikan melalui proses *Mechanical Alloying* ini, sudah mampu memberikan energi pada serbuk Ti-3at.% Al.

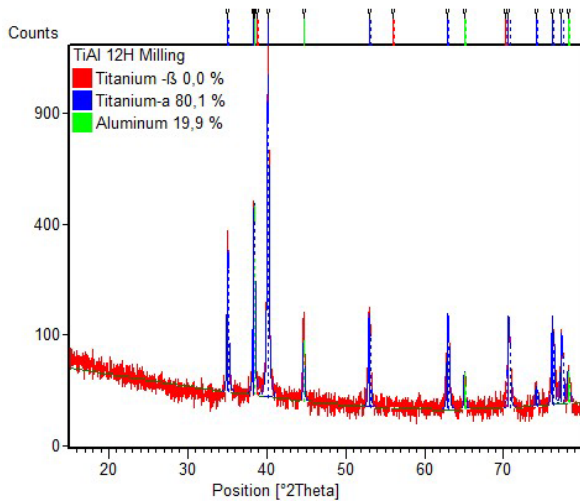
Analisa data tersebut dilakukan pada puncak tertinggi pertama kurva XRD hasil *Mechanical Alloying*. Bila diperhatikan, data pada tabel 1 menunjukkan perubahan nilai FWHM pada puncak Titanium. Perubahan nilai FWHM menyatakan adanya *peak broadening* atau pelebaran kurva pada puncak difraksi tersebut. Hal tersebut mengindikasikan adanya tegangan dalam (*microstrain*) pada partikel serbuk akibat proses *Mechanical Alloying*. Dari data perubahan nilai FWHM tersebut juga dapat diidentifikasi adanya perubahan *grain size* atau ukuran butir partikel serbuk. Dalam hal ini proses *mechanical alloying* menyebabkan berkurangnya ukuran butir partikel pada serbuk. Tabel tersebut menunjukkan kenaikan nilai FWHM pada puncak Ti seiring dengan naiknya variabel *milling time*. Perubahan nilai FWHM tersebut menyatakan adanya pelebaran puncak kurva yang mengindikasikan terbentuknya *solid solution*. Semakin besarnya nilai FWHM, maka semakin banyaknya Al yang masuk kedalam Ti.

Analisa Rietveld pada data XRD sampel serbuk hasil *mechanical alloying* pada tiap-tiap variabel *milling time* dilakukan dengan pencocokan kurva model dengan kurva eksperimen hasil XRD. Berikut adalah salah satu hasil *refinement* pada sampel variasi *milling time* 12 jam.

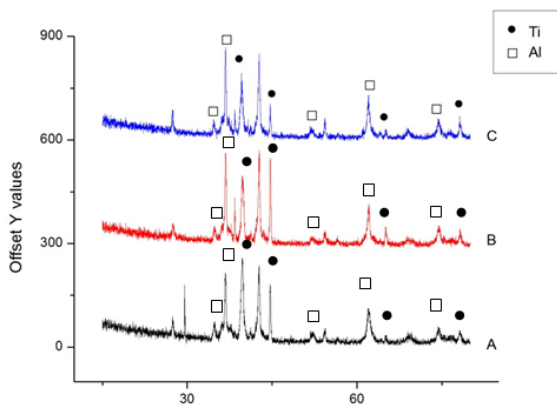
Dari *refinement* yang dilakukan, diperoleh data *Figure of Merit* (FoM) dan parameter kisi yang ditunjukkan pada gambar 3. Dalam FoM terlihat ketercapaian *refinement* (penghalusan) pada kurva eksperimen yang dinyatakan dalam persen. Hal tersebut mengindikasikan kualitas dari penghalusan kurva. Ketercapaian penghalusan dapat dilihat pada nilai *Goodnes of Fit* (GoF) pada masing-masing variasi sampel. GoF menyatakan fungsi distribusi parameter yang tidak diketahui, dengan kata lain ketiga data tersebut memiliki *refinement* dengan tingkat pencocokan kurva model yang baik yakni dengan nilai GoF yang kurang dari 4%. Karena Disamping plot selisih yang tidak fluktuatif, nilai GoF dibawah 4% merupakan batas yang dapat diterima untuk difraksi sinar-x dan material berstruktur sederhana serta data kristalografi yang akurat.

**B. Hasil Uji XRD Setelah Heat Treatment**

Pengujian XRD selanjutnya dilakukan terhadap spesimen yang telah dikenai perlakuan panas berupa *annealing*. Pengujian dilakukan dengan sinar X menggunakan *range* sudut  $10^\circ - 80^\circ$  dan menggunakan panjang gelombang  $CuK\alpha$  sebesar  $1.54056 \text{ \AA}$ . Hasil pengujian sinar X terhadap hasil *annealing* paduan TiAl pada temperatur  $1000^\circ\text{C}$  dengan *holding time* selama 5 jam ditunjukkan pada Gambar 4.



Gambar 3. Refinement Kurva Hasil XRD Mechanical Alloying pada Variabel Milling Time 12 Jam.

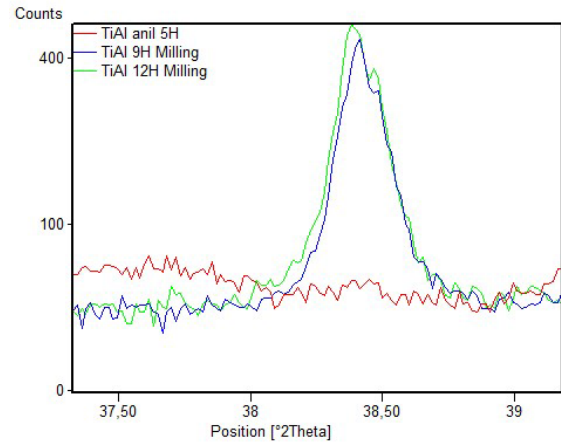


Gambar 4. Hasil Uji XRD Serbuk Hasil Mechanical Alloying Setelah Dilakukan Heat Treatment pada setiap Variabel Milling Time: 5 Jam, 9 Jam, 12 Jam.

Tabel.3. Analisa data Parameter kisi Ti- $\alpha$  hasil Refining

Parameter kisi	Sampel		
	5 Jam	9jam	12 jam
A (Å)	2,95005	2,95005	2,95005
B (Å)	2,95005	2,95005	2,95005
C (Å)	4,68473	4,68525	4,68389

Dari Refinement tersebut diperoleh data Figure of Merit (FoM) seperti pada Tabel 3. Berdasarkan hasil perbandingan tersebut, diketahui bahwa pada hasil data XRD paduan serbuk hasil heat treatment, seluruhnya membentuk titanium oksida (TiO<sub>2</sub>). Sedangkan puncak-puncak kurva yang tidak teridentifikasi, dinyatakan sebagai titanium oksida. Puncak kurva yang tidak teridentifikasi adalah puncak kurva tertinggi pertama dan beberapa puncak kurva tertinggi berikutnya. sehingga perlakuan panas terhadap paduan serbuk Ti-3 at.% Al, sudah mampu membentuk larutan padat Ti- $\beta$ .



Gambar 5. Transformasi Puncak Kurva Hasil XRD Mechanical Alloying Setelah Dilakukan Heat Treatment pada setiap Variabel Milling Time: 5 Jam, 9 Jam, 12 Jam.

Tabel. 4 Ukuran Kristal Ti- $\beta$  Hasil Heat Treatment.

Heat Treatment	$\lambda$ (Å)	B (rad)	$\theta$ (°)	Cos $\theta$	D (nm)
Milling Time 5 jam	1.5405	0,00845961	19,842	0,94063013	32,2
Milling Time 9 jam	1.5405	0,00824842	19,256	0,94405449	35,3
Milling Time 12 jam	1.5405	0,00794299	19,2105	0,94431579	34,6

Gambar 5 menunjukkan, identifikasi kurva pada variasi Milling Time 5, 9, dan 12 jam. Pada kurva variasi Milling Time 5 jam tidak menunjukkan adanya pembentukan puncak difraksi. Namun pada sampel variasi Milling Time 9 dan 12 jam menunjukkan pembentukan puncak kurva yang sesuai dengan data JCPDF 44-1288 yakni pada terbentuknya puncak 2 $\theta$  38° hal tersebut menandakan telah terbentuknya fasa Ti- $\beta$ .

Hasil kualitatif pada serbuk hasil Mechanical Alloying selama 5 jam bersesuaian dengan (JCPDF#04-0787)Ti dengan 2 $\theta$  sebesar 39,7956 dan (JCPDF#35-0821) Al dengan 2 $\theta$  sebesar 39,6847. Hasil yang sama juga diperlihatkan oleh kurva dengan Milling Time 9 dan 12 jam.

Tabel 4 menunjukkan hasil ukuran Ti- $\beta$  setelah proses Heat Treatment. Dari tabel 4 tersebut didapat ukuran kristal Ti- $\beta$  paling besar adalah ketika paduan serbuk Ti-3 at.% Al disintesa heat treatment dengan variasi Milling Time 12 jam yakni sebesar 34,65 dan ukuran kristal Ti- $\beta$  terkecil didapatkan pada Milling Time 5 jam yakni sebesar 32,28.

Pada kurva variasi Milling Time 12 jam diatas, terlihat pembentukan puncak ganda yang mengasumsikan bahwa terdapat fasa lain yang belum mengalami transformasi, dalam hal ini adalah fasa Ti- $\alpha$ . untuk itu perlu dilakukan refinement untuk mengetahui perbandingan persen berat antara kedua fasa tersebut. Proses refinement ini dilakukan dengan metode analisa rietveld menggunakan software Highscore Plus. Refinement dilakukan dengan melakukan

input data kristalografi kedua fasa utama dari sampel, yakni Ti- $\alpha$  dan Ti- $\beta$ . untuk menganalisa apakah sudah terbentuk fasa Ti- $\beta$ . secara sempurna dan juga mengetahui persen berat fasa tersebut.

Gambar 7 menunjukkan penghalusan (refinement) puncak kurva pada  $2\theta$   $38^\circ$ . kurva hasil *refinement* penghalusan tersebut menunjukkan identifikasi atas terbentuknya puncak ganda tersebut. Dari penghalusan tersebut dapat diidentifikasi terbentuknya fasa Ti- $\beta$  sebesar 23,6%, dan terdapat fasa Ti- $\alpha$  sebesar 76,4%.

Tabel 5 menunjukkan data *Refinement* pada kurva hasil XRD *Mechanical Alloying* Setelah Dilakukan *Heat Treatment* pada setiap Variabel *Milling*. Data tersebut menunjukkan GoF yang cukup besar, yakni diatas 4%. Hal tersebut mengindikasikan perubahan yang signifikan kurva setelah dilakukan *Heat Treatment*.

C. Hasil Uji SEM

Hasil SEM Mechanical Alloying

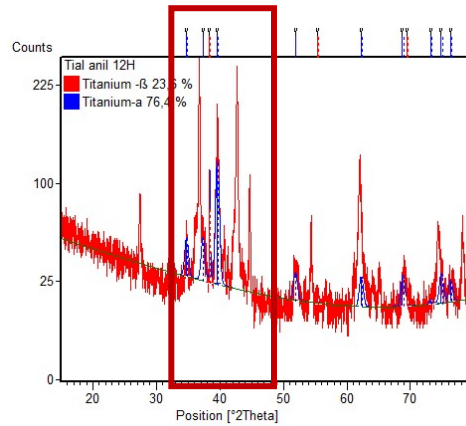
Sampel paduan serbuk Ti-3 at.% Al yang disintesa dengan *Mechanical Alloying* BPR 10:1, dengan variasi *Milling Time* 5, 9, dan 12 jam, dilakukan pengamatan morfologi dengan menggunakan *Scanning Electron Microscope* (SEM) FEI Inspect S50. Seperti ditunjukkan pada Gambar 8 berikut;

Pada Gambar 8 nampak bahwa masing-masing morfologi paduan serbuk Ti-3 at.% Al sudah mengalami penggumpalan antar butir satu dengan yang lain, dan bentuk butirannya berupa serpihan (*flakes*). Tiap-tiap kenaikan variable *milling time* lebih terlihat morfologi pemuadannya, nampak bahwa antara butiran satu dengan yang lain sudah saling melebur, peleburan tersebut mengindikasikan terbentuknya *solid solution* pada serbuk.

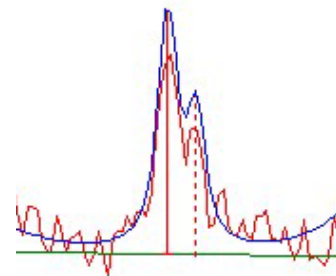
Hal tersebut telah dinyatakan pula pada tabel 3.1 pada data hasil uji XRD hasil *mechanical alloying* yang memberikan data mengenai perubahan nilai FWHM pada puncak Ti. Hal tersebut semakin memperkuat indikasi sudah mulai terbentuknya *solid solution* pada serbuk. Butiran yang terbentuk ukurannya lebih kecil daripada hasil *Mechanical Alloying* dengan *Milling Time* 5 jam. Alumunium ditunjukkan dengan partikel berbentuk serpihan (*flakes*). Nampak dominan warna gelap, yang menunjukkan Titanium. Hal tersebut memperlihatkan bahwa energi yang diberikan melalui proses *Mechanical Alloying* ini, sudah mampu merubah bentuk dan ukuran dari paduan serbuk Ti-3at.% Al pemberian *Milling Time* yang lebih lama juga mampu membuat paduan serbuk Ti-3 at.% Al tercampur dengan lebih sempurna dan ukuran butirnya makin kecil akibat besarnya energi tumbukan yang diberikan.

Hasil SEM Heat Treatment

Pengamatan morfologi dengan menggunakan *Scanning Electron Microscope* (SEM) FEI Inspect S50, untuk paduan serbuk Ti-3 at.% Al hasil *Heat treatment annealing* temperatur 1000°C, waktu tahan 5 jam dengan variasi *Milling Time* 5,9, dan 12 jam. Diperoleh hasil seperti ditunjukkan dalam Gambar 9.



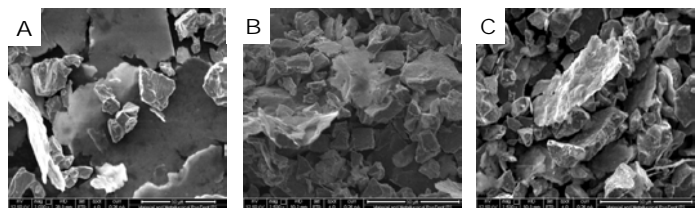
Gambar 6 Refinement Kurva Hasil XRD Mechanical Alloying Setelah Dilakukan Heat Treatment pada setiap Variabel Milling Time: 12 Jam. dengan perbesaran pada penghalusan puncak kurva pada  $2\theta$   $38^\circ$



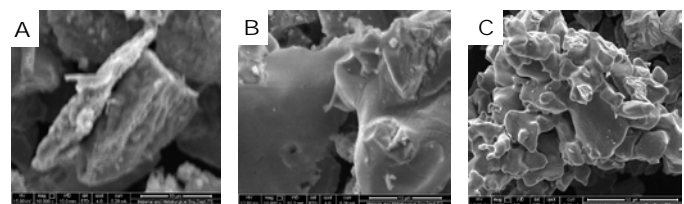
Gambar. 7. Perbesaran penghalusan puncak kurva pada  $2\theta$   $38^\circ$

Tabel 5. Analisa data XRD mechanical alloying setelah dilakukan heat treatment dan refining

Sampel	Rp(%)	Rwp(%)	Rexp(%)	GoF(%)
Milling time 5 jam	31,8	41,4	16,9	6,02
Milling time 9 jam	29,9	39,8	16,6	5,6
Milling time 12 jam	30,0	39,9	17,6	5,12



Gambar. 8. Morfologi Paduan Serbuk Ti-3 at.% Al hasil Mechanical Alloying dengan Milling Time a) 5 jam b) 9 jam c) 12 jam rpm Perbesaran 2500x.



Gambar. 9. Morfologi Paduan Serbuk Ti-3 at.% Al hasil Heat Treatment dengan Milling Time a) 5 jam b) 9 jam c) 12 jam rpm Perbesaran 2500x.

Pada Gambar 9 masing-masing variabel memperlihatkan butiran yang sudah saling melebur satu sama lain, butiran dengan arah pertumbuhan yang sama dan arah pertumbuhan tersebut searah sumbu ordinat (vertikal), butiran ini terlihat memanjang. Dan juga berdasar hasil penelitian Castany (2008), yang memperlihatkan struktur Ti- $\beta$ . Sehingga hasil ini dapat dikatakan sudah membentuk Ti- $\beta$  berdasarkan morfologi butirannya [11].

#### IV. KESIMPULAN

Analisa Rietveld dapat mengidentifikasi transformasi fasa Ti ( $\alpha$ - $\beta$ ) dan mampu menyajikan optimasi data hasil pengujian difraksi sinar-x berupa *peak broadening* atau pergeseran puncak difraksi berturut-turut pada tiap-tiap variabel *milling time* yakni 5, 9, dan 12 jam serta perubahan ukuran kristal menjadi 32,27nm, 35,35nm, dan 34,65nm pada sampel hasil proses *mechanical alloying* dilanjutkan dengan *heat treatment annealing* dengan temperatur 1000°C, *holding time* 5 jam berturut-turut untuk tiap variable *milling* 5,9, dan 12 jam. Ukuran kristal Ti- $\beta$  semakin sempurna seiring peningkatan *milling time*.

#### DAFTAR PUSTAKA

- [1] Avner, & Sidney H. 1982. "Introduction to Physical Metallurgy" Tokyo : McGraw-Hill International Book Company.
- [2] Pratapa, S. (2009), "Analisis Data Difraksi Menggunakan Metode Rietveld", Jurusan Fisika FMIPA ITS, Laboratorium Difraksi Sinar-X ITS, Surabaya.
- [3] Aditya, I. 2011. "Pengaruh Variasi Komponen Berat Al dan Kecepatan Milling pada Mechanical Alloying Mg-Al terhadap Perubahan Dasa dan Struktur Mikro. Surabaya" : Institut Teknologi Sepuluh Nopember
- [4] Rietveld, H.M. 1967. Acta Crystallogr. 22
- [5] Asmuni, 2001. "Karakterisasi Pasir Kuarsa( SiO<sub>2</sub>) Dengan Metode XRD" Medan: Alam Universitas Sumatera Utara
- [6] Irzaman, R.K. 2002 "Analisa Material Ferroelektrik dengan X-Ray (XRD) dan Program Rietveld".
- [7] Suryanarayana, C. 2003. "Mechanical Alloying and Milling".
- [8] Daryus, A. 2009."Material Teknik". Jakarta : Universitas Darma Persada.
- [9] Moto, Keba, Setiarini, Lia dkk (2003), "Analisis Komposisi dengan Menggunakan Metode Rietveld dan Pengaruhnya Terhadap Kekerasan Nano Komposit Ti-Si-N", Jurnal MAKARA volume 7, no1
- [10] Sahriar, N. 2006. "Uji Kemurnian Batu Kapur Tuban Dengan Analisis Rietveld Data Difraksi Sinar-X." . Surabaya : Institut Teknologi Sepuluh Nopember
- [11] Castany, P dkk. 2008. "In Situ Transmission Electron Microscopy Deformation of The Titanium Alloy Ti-6Al-4V: Interface Behaviour." Materials Science and Engineering A 483 (10) : 719-722.