

Analisis Regangan dan Tegangan Sisa dengan Metode Rietveld pada  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$  Hasil Pelelehan (Engkir Sukirman)

## ANALISIS REGANGAN DAN TEGANGAN SISA DENGAN METODE RIETVELD PADA $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$ HASIL PELELEHAN

Engkir Sukirman dan Wisnu Ari Adi

Pusat Teknologi Bahan Industri Nuklir (PTBIN) - BATAN  
Kawasan Puspipstek, Serpong 15314, Tangerang

### ABSTRAK

**ANALISIS REGANGAN DAN TEGANGAN SISA DENGAN METODE RIETVELD PADA  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$  HASIL PELELEHAN.** Regangan dan tegangan sisa pada  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$  hasil pelelehan telah dianalisis dengan metode Rietveld berdasarkan data difraksi sinar-X. Fungsi Sasa-Uda dan March-Dollase digunakan sebagai faktor koreksi orientasi *preferred* untuk mendapatkan kualitas *fitting* terbaik. Hasil analisis menunjukkan bahwa terjadi pergeseran posisi puncak dan juga pelebaran puncak difraksi sinar-X pada  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$  hasil pelelehan. Ini berarti pada  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$  hasil pelelehan terbentuk medan regangan yang tidak homogen. Penambahan  $\text{Y}_2\text{BaCuO}_5$  hingga sebesar  $W_\beta < 10\%$  berat mengakibatkan penyusutan regangan dan tegangan, sedangkan penambahan  $\text{Y}_2\text{BaCuO}_5$  lebih lanjut, yakni  $W_\beta \geq 10\%$  berat, membuat regangan dan tegangan rata-rata cenderung kembali seperti pada  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$  tanpa penambahan bahan aditif  $\text{Y}_2\text{BaCuO}_5$ . Jadi ada sejumlah tertentu fasa aditif yang menyebabkan terjadinya pelepasan regangan dan tegangan sisa.

**Kata kunci** : Regangan/tegangan sisa,  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$ , pelelehan, metode Rietveld

### ABSTRACT

**RESIDUAL STRAIN AND STRESS ANALYSIS USING RIEVELD METHOD ON THE MELTING PRODUCT OF  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$ .** The X-rays diffraction data of the residual strain and stress of the melted  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$  have been analyzed using Rietveld method. The Sasa-Uda dan March-Dollase functions were applied as the correction factors for preferred orientation parameters in order to get the best fitting. The analysis results show that peaks position shifted and broadened indicate the strains in the melted  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$  are inhomogeneous. The addition of  $\text{Y}_2\text{BaCuO}_5$  ( $W_\beta$ ) up to 10 % wt into  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$  will reduce the residual strain and stress. While by further addition of  $\text{Y}_2\text{BaCuO}_5$ , i.e.  $W_\beta \geq 10\%$  wt %, leads the residual strain and stress back to its original value. There is an optimum addition of  $\text{Y}_2\text{BaCuO}_5$  on  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$  in releasing its residual strain and stress.

**Key words** : Residual strain/stress,  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$ , melting, Rietveld method

### PENDAHULUAN

Teknik difraksi sinar-X dan difraksi neutron telah terbukti sangat berguna dalam kegiatan penelitian dan pengembangan bahan. Teknik difraksi tersebut selain dimanfaatkan untuk analisis kualitatif dan kuantitatif, juga dapat dimanfaatkan untuk uji tak merusak yakni analisis tegangan atau regangan sisa di dalam bahan-bahan kristalin. Bila bahan-bahan kristalin tersebut mendapat pengaruh medan regangan homogen, maka akan terjadi pergeseran puncak difraksi. Jika puncak difraksi bergeser ke sudut  $2\theta$  yang lebih kecil, maka regangannya adalah regangan tarik (*tensile*) dan sebaliknya jika puncak difraksi bergeser ke sudut  $2\theta$  yang lebih besar, maka regangannya adalah regangan tekan (*compressive*). Bila bahan mendapat pengaruh medan regangan yang tidak homogen, maka disamping

terjadi pergeseran posisi puncak, juga *profile* puncak difraksi melebar [1,2]. Dengan mengukur pergeseran puncak, kita dapat menentukan regangan kisi rata-rata sepanjang arah (sumbu) kristalografik tertentu, sedangkan dari pelebaran puncak diperoleh informasi selain regangan kisi juga ukuran kristalit bahan. Dari data regangan tersebut, maka tegangan sisa dapat dihitung.

Regangan dan tegangan sisa dapat ditentukan secara akurat jika digunakan spektrometer sinar-X/neutron yang memiliki resolusi sudut tinggi. Dengan menerapkan metode analisis *Rietveld*, ketelitian penentuan regangan dapat ditingkatkan. Penerapan metode *Rietveld* untuk analisis regangan dan/atau tegangan sisa telah dilakukan oleh beberapa peneliti

terdahulu antara lain oleh D. Balzar *et al* [3], didapat tensor regangan elastik pada cuplikan komposit Al/SiC. Sementara itu, N.C. Popa *et al* [4] melakukan kajian teoritis dengan metode *Rietveld*. Dari kajian tersebut mereka menyimpulkan bahwa dengan metode *Rietveld*, nilai-nilai regangan dan tegangan sisa sebagai fungsi orientasi kristalit (mungkin) dapat dihitung. Dengan metode yang sama, D. Balzar *et al* [5] melakukan analisis pelebaran puncak-puncak difraksi untuk menghitung ukuran partikel dan regangan elastik pada cuplikan CeO<sub>2</sub>.

Suatu tinjauan ulang (*review*) tentang pemodelan strukturmikro dengan metode *Rietveld* disampaikan oleh D. Balzar dan N.C. Popa [6] dengan studi kasus penentuan distribusi ukuran kristalit dan regangan sisa pada serbuk CeO<sub>2</sub>. Murakami [7] menunjukkan bahwa pada YBa<sub>2</sub>Cu<sub>3</sub>O<sub>7-x</sub> hasil proses pelelehan banyak dijumpai cacat kristal antara lain *crack*, *stacking faults* dan dislokasi. Terbentuknya regangan dan tegangan sisa pada YBa<sub>2</sub>Cu<sub>3</sub>O<sub>7-x</sub> hasil proses pelelehan adalah akibat adanya cacat-cacat kristal tersebut. Analisis regangan dan tegangan sisa dengan metode *Rietveld* pada YBa<sub>2</sub>Cu<sub>3</sub>O<sub>7-x</sub> hasil pelelehan, sejauh ini belum dilakukan orang.

Dengan metode analisis *Rietveld*, setiap titik pada pola difraksi dipandang sebagai satu pengamatan tunggal yang kemungkinan mengandung kontribusi dari sejumlah refleksi Bragg yang berbeda. Jadi seluruh pola difraksi yang teramati dicocokkan dengan pola difraksi hasil kalkulasi menggunakan model struktur tertentu dan fungsi bentuk puncak yang paling sesuai. Pada setiap posisi sudut atau setiap titik pada profil pola difraksi, jumlah kontribusi intensitas akibat *overlap* dapat dihitung berdasarkan harga parameter-parameter yang didapat dengan asas perhitungan *least squares* [8]. Karena sejumlah besar puncak-puncak difraksi dicocokkan secara simultan, maka kesalahan statistik di dalam pencocokan dapat diminimalkan. Namun demikian, koreksi terhadap faktor orientasi *preferred* (OP) harus tetap dilakukan, apa lagi untuk cuplikan-cuplikan yang memiliki struktur berlapis (*layered structures*) seperti YBa<sub>2</sub>Cu<sub>3</sub>O<sub>7-x</sub>.

Tujuan penelitian ini adalah mendapatkan data regangan dan tegangan sisa pada cuplikan YBa<sub>2</sub>Cu<sub>3</sub>O<sub>7-x</sub> hasil proses pelelehan untuk melengkapi data strukturmikro bahan. Tegangan dan regangan pada cuplikan YBa<sub>2</sub>Cu<sub>3</sub>O<sub>7-x</sub> tersebut dianalisis dengan teknik difraksi sinar-X, metode *Rietveld* menggunakan *software* RIETAN [8].

## TEORI

### Koreksi Orientasi Preferred

Metode analisis *Rietveld* sesungguhnya diperuntukkan bagi analisis pola difraksi sinar-X/neutron dari cuplikan berupa serbuk halus. Partikel-partikel serbuk tersebut merupakan sebuah kristal yang sangat kecil (kristalit) yang terorientasi secara acak terhadap berkas

sinar-X atau neutron datang. Sehingga setiap set bidang-bidang kisi dapat merefleksikan berkas datang. Namun demikian, ketika cuplikan serbuk dimasukkan ke dalam *sample holder* untuk pengukuran pola difraksi (terutama difraksi sinar-X), serbuk tersebut mendapat tekanan dari luar. Sehingga terjadi penurunan derajat orientasi-acak (*randomness*) butir-butir serbuk. Oleh karena itu faktor koreksi terhadap orientasi *preferred* (OP) harus diberikan.

Pada perangkat lunak RIETAN telah disediakan dua jenis faktor koreksi OP, yakni fungsi Sasa-Uda dan March-Dollase, berturut-turut dituliskan pada persamaan (1) dan persamaan (2). Jika digunakan fungsi Sasa-Uda, maka bentuk kristalit dapat dikenali, apakah seperti jarum atau berupa pelat. Tampak pada persamaan (1), bahwa fungsi Sasa-Uda memiliki dua parameter,  $p_1$  dan  $p_2$ ; kedua parameter tersebut tidak memiliki arti fisis.

$$P_k = p_1 + (1 - p_1) \exp(-p_2 \phi_k) \dots\dots\dots (1)$$

Untuk cuplikan berupa pelat,  $\phi_k = \psi_k$  (kristal pelat) dan  $\phi_k = \pi/2 - \psi_k$  (kristal jarum) dan untuk cuplikan berupa silinder,  $\phi_k = \pi/2 - \psi_k$  (kristal pelat) dan  $\phi_k = \psi_k$  (kristal jarum), dimana  $\psi_k$  adalah sudut lancip antara vektor hamburan refleksi ke- $k$  dan vektor orientasi *preferred* [8]. Fungsi March-Dollase, tampak pada persamaan (2), hanya memiliki satu parameter,  $r$ .

$$P_k = (r^2 \cos^2 \alpha_k + \frac{1}{r} \sin^2 \alpha_k)^{-3/2} \dots\dots\dots (2)$$

dimana  $\alpha_k$  adalah sudut lancip antara vektor hamburan refleksi ke- $k$  dan vektor orientasi *preferred* [9].

### Formulasi Regangan dan Tegangan

Tegangan sisa dalam kebanyakan agregat padat sesungguhnya tidak homogen dan oleh karena itu terjadi medan regangan yang juga tidak homogen. Medan regangan yang tidak homogen menyebabkan terjadinya pelebaran puncak difraksi. Secara umum, pelebaran puncak difraksi tersebut adalah akibat ukuran partikel yang kecil, atau karena medan regangan yang tidak homogen, atau akibat keduanya.

H.P. Klug and L.E. Alexander [10], memformulasikan pelebaran puncak difraksi akibat adanya medan regangan yang tidak homogen dalam bentuk persamaan :

$$B^2 = B_0^2 + 32 \ln 2 \cdot \tan^2 \theta \cdot \langle e_{hkl}^2 \rangle \dots\dots\dots (3)$$

dimana,  $B$  = lebar setengah tinggi puncak maksimum (*FWHM*) dari puncak yang melebar,  $\langle e_{hkl} \rangle$  = harga regangan *rms* tidak isotropik rata-rata pada arah  $[hkl]$  dan  $B_0$  = *FWHM* akibat resolusi alat yang harganya memenuhi persamaan Cagliotti [11] :

$$B_0^2 = U_0 \tan^2 \theta + V_0 \tan \theta + W_0 \dots\dots\dots (4)$$

Bila persamaan (4) disubstitusikan ke persamaan (3), didapat :

$$B^2 = (U_0 + 32 \ln 2 \cdot \langle e_{hkl}^2 \rangle) \tan^2 \theta + V_0 \tan \theta + W_0 \dots\dots (5)$$

atau dituliskan kembali dalam bentuk persamaan :

$$B^2 = U \tan^2 \theta + V_0 \tan \theta + W_0 \dots\dots\dots (6)$$

dimana,  $U = (U_0 + 32 \ln 2 \cdot \langle e_{hkl}^2 \rangle)$ . Dari persamaan ini didapat hubungan :

$$\langle e_{hkl}^2 \rangle = \frac{U - U_0}{32 \ln 2} \dots\dots\dots (7)$$

Harga parameter  $U_0$  dan  $U$  berturut-turut diperoleh dari data hasil penghalusan pada cuplikan  $YBa_2Cu_3O_{7-x}$  hasil proses sinter dan pelelehan.

Jadi, dari persamaan (7) diperoleh harga  $\langle e_{hkl} \rangle$ , yakni regangan *rms* tidak isotropik rata-rata pada arah  $[hkl]$  yang diturunkan dari data pelebaran puncak-puncak difraksi. Sedangkan dari data pergeseran puncak-puncak difraksi diperoleh harga regangan kisi rata-rata sepanjang arah kristalografi tertentu  $[hkl]$  yang dirumuskan dalam persamaan :

$$\varepsilon_{hkl} = \frac{d - d_0}{d_0} \dots\dots\dots (8)$$

dimana,  $d$  = jarak antara bidang pada cuplikan yang mengalami tekanan/tarikan sepanjang arah tegak lurus bidang ( $hkl$ ),  $d_0$  = jarak antara bidang pada cuplikan yang bebas tekanan sepanjang  $[hkl]$  tersebut [12]. Secara umum tensor regangan memiliki enam buah komponen independen, tetapi manakala tensor regangan bersesuaian dengan simetri kristal, maka jumlah komponen independen akan berkurang. Untuk struktur kristal yang *uniaxial* ( $\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$ ) sebagaimana dalam kasus  $YBa_2Cu_3O_{7-x}$ , maka hanya tiga komponen independen yang diperlukan untuk menyatakan sifat-sifat tensor regangan, yakni komponen regangan sepanjang sumbu- $a$  ( $\varepsilon_{11}$ ), sumbu- $b$  ( $\varepsilon_{22}$ ) dan sumbu- $c$  ( $\varepsilon_{33}$ ).

Setelah regangan kisi rata-rata sepanjang ketiga arah sumbu utama diketahui, maka tegangan sisa dapat diformulasikan dengan menerapkan Hukum *Hooke* dan diperoleh persamaan (9) :

$$\begin{aligned} \sigma_{11} &= \frac{E}{(1+\nu)(1-2\nu)} \{(1-\nu)\varepsilon_{11} + \nu(\varepsilon_{22} + \varepsilon_{33})\} \\ \sigma_{22} &= \frac{E}{(1+\nu)(1-2\nu)} \{(1-\nu)\varepsilon_{22} + \nu(\varepsilon_{11} + \varepsilon_{33})\} \\ \sigma_{33} &= \frac{E}{(1+\nu)(1-2\nu)} \{(1-\nu)\varepsilon_{33} + \nu(\varepsilon_{11} + \varepsilon_{22})\} \end{aligned} \dots\dots (9)$$

Regangan kisi rata-rata  $\varepsilon_{hkl}$  yang dirumuskan pada persamaan (8) diperoleh dari hasil penghalusan pola difraksi cuplikan serbuk pada suatu daerah sudut pengukuran yang cukup lebar ( $2\theta = 20^\circ$  sampai

dengan  $50^\circ$ ). Jadi, regangan kisi rata-rata itu tidak lain adalah perata-rataan terhadap semua arah bidang-bidang difraksi pada daerah sudut pengukuran tersebut. Oleh karena itu, ketika regangan kisi tersebut dimasukkan ke dalam persamaan (9), maka akan dihasilkan tegangan sisa yang harganya lebih mendekati tegangan hidrostatik, sehingga persamaan (9) menjadi :

$$\sigma = \frac{E}{1-2\nu} \varepsilon \dots\dots\dots (10)$$

dimana :

$E$  = modulus Young = 140 GPa  
 $\nu$  = *Poisson's ratio* = 0,15 [13].

Jadi tegangan sisa pada bahan kristalin dapat ditentukan dengan teknik difraksi sinar-X metode analisis *Rietveld*. Dengan metode analisis tersebut dapat diperoleh dua harga tegangan sisa, yakni tegangan sisa dari harga regangan yang dihitung berdasarkan pelebaran puncak-puncak difraksi dan tegangan sisa dari harga regangan yang dihitung berdasarkan pergeseran puncak-puncak difraksi.

## METODE PERCOBAAN

### Preparasi Cuplikan

Dalam penelitian ini disiapkan pelet  $YBa_2Cu_3O_{7-x}$  dan pelet  $Y_2BaCuO_5$  [14]. Kedua jenis pelet tersebut masing-masing dihancurkan dan digerus sehingga menjadi serbuk yang halus. Kemudian ke dalam serbuk  $YBa_2Cu_3O_{7-x}$  ditambahkan serbuk  $Y_2BaCuO_5$ , sehingga diperoleh 6 buah campuran dengan perbandingan berat seperti ditunjukkan pada Tabel 1. Cuplikan Y123 adalah  $YBa_2Cu_3O_{7-x}$  hasil *sintering* tanpa dilakukan proses pelelehan. Sedangkan YM0, YM1, YM2, YM3 dan YM4 masing-masing adalah  $YBa_2Cu_3O_{7-x}$  hasil *sintering* kemudian dilakukan proses pelelehan. Sebelum dilakukan pelelehan, setiap campuran digerus selama 1 jam, kemudian masing-masing dicetak menjadi pelet dengan memberi tekanan  $P = 5000$  psi selama 3 menit. Setiap campuran terdiri dari 2 pelet dengan berat 4 g. Lima jenis cuplikan kemudian dilelehkan mengikuti diagram perlakuan panas seperti ditunjukkan pada makalah terdahulu [14].

**Tabel 1.** Komposisi Fasa-123 dan Fasa-211 pada cuplikan YBCO.

No.	Cuplikan	Fasa-123		Fasa-211	
		$W_\alpha$ (g)	$W_\alpha$ (%)	$W_\beta$ (g)	$W_\beta$ (%)
1.	Y123	4,00	100	0,00	0
2.	YM0	4,00	100	0,00	0
3.	YM1	3,92	98	0,08	2
4.	YM2	3,80	95	0,20	5
5.	YM3	3,60	90	0,40	10
6.	YM4	3,00	75	1,00	25

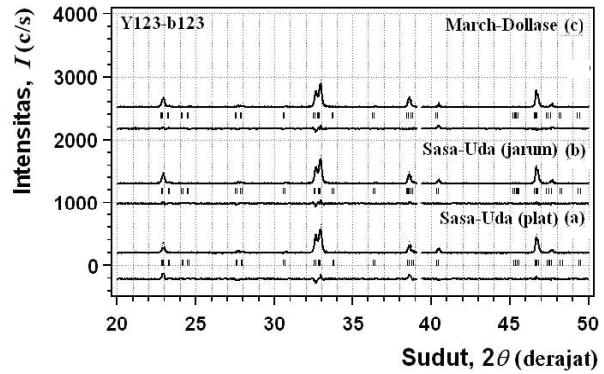
## Pengukuran Pola Difraksi Sinar-X

Pola difraksi sinar-X dari cuplikan berupa serbuk diukur menggunakan XRD-Philips, Jenis : PW1710, Target : Cu,  $\lambda = 1,5406 \text{ \AA}$ , arus  $I = 20 \text{ mA}$  dan tegangan  $V = 30 \text{ kV}$ , daerah pengukuran  $2\theta$ :  $20^\circ$ - $50^\circ$ , lebar langkah :  $0,02^\circ$  dan *preset-time* : 0,05 detik. Data difraksi sinar-X dianalisis dengan metode *Rietveld* menggunakan program RIETAN [8]. Metode ini memerlukan dua jenis data masukan, yakni data intensitas fungsi sudut hamburan dan parameter *least square*. Parameter *least square* tersebut terdiri dari parameter global dan parameter yang bergantung fasa. Parameter OP adalah salah satu dari sekian banyak parameter yang bergantung fasa. OP dikoreksi dengan memasukkan fungsi Sasa-Uda dan March-Dollase seperti telah disinggung di atas. Parameter OP yang paling sesuai ditunjukkan dengan faktor *S* terkecil. Regangan dan tegangan sisa selanjutnya dianalisis berdasarkan data parameter *least square* yang memiliki faktor *S* terkecil.

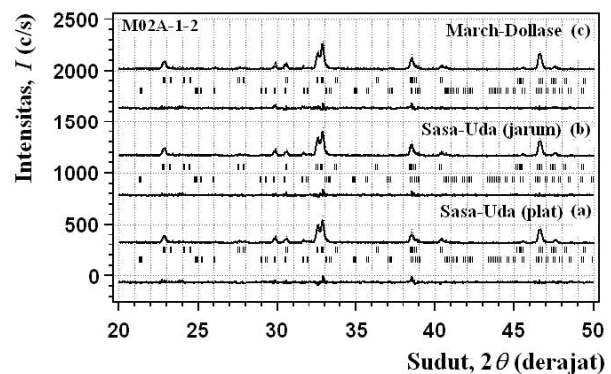
## HASIL DAN PEMBAHASAN

Profil pola difraksi hasil analisis dengan metode *Rietveld* pada cuplikan Y123, YM0, YM1, YM2, YM3 dan YM4 berturut-turut ditunjukkan pada Gambar 1, Gambar 2, Gambar 3, Gambar 4, Gambar 5 dan Gambar 6, dimana pada masing-masing gambar tersebut ditampilkan profil (a), (b) dan (c) berturut-turut untuk koreksi OP dengan menerapkan fungsi Sasa-Uda (kristal plat), fungsi Sasa-Uda (kristal jarum) dan fungsi March-Dollase. Garis-garis pendek vertikal di bawah pola difraksi adalah posisi puncak-puncak Bragg  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$  dan  $\text{Y}_2\text{BaCuO}_5$  berturut-turut dari atas ke bawah. Kualitas *fitting* dapat dilihat dengan mudah pada profil selisih harga intensitas hasil pengamatan dan hasil kalkulasi, dimana deviasi intensitas terhadap sudut  $2\theta$ , relatif kecil. Hal ini berarti bahwa parameter *fitting* sesuai dengan asumsi, yakni terdiri dari  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$ , sistem kristal : ortorombik, grup ruang : Pmmm, Vol. I, No. 47 dan  $\text{Y}_2\text{BaCuO}_5$ , sistem kristal : ortorombik, grup ruang : Pnma, Vol. I, No. 62 dan tidak ada fasa lain di dalam cuplikan kecuali kedua fasa tersebut. Parameter kisi kedua fasa tersebut ditunjukkan pada Tabel 2.

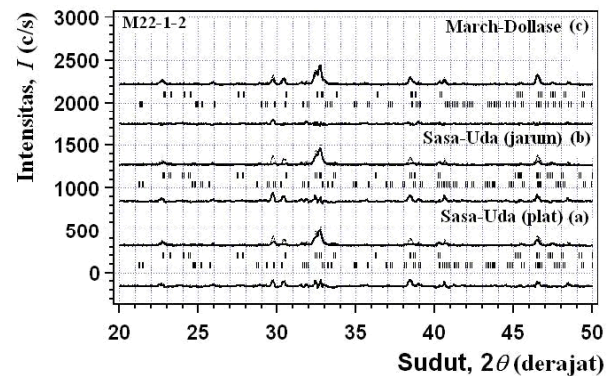
Kualitas *fitting* juga dapat dilihat dari harga faktor *S*, dimana nilai standar *Rietveld* adalah



Gambar 1. Profil pola difraksi sinar-X hasil analisis dengan metode *Rietveld* pada cuplikan Y123 ( $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$  hasil *sintering*).



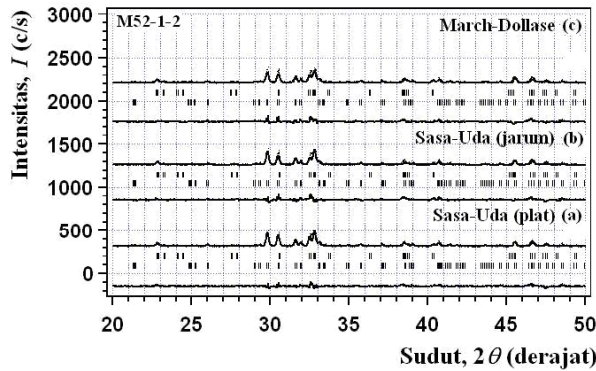
Gambar 2. Profil pola difraksi sinar-X hasil analisis dengan metode *Rietveld* pada cuplikan YM0.



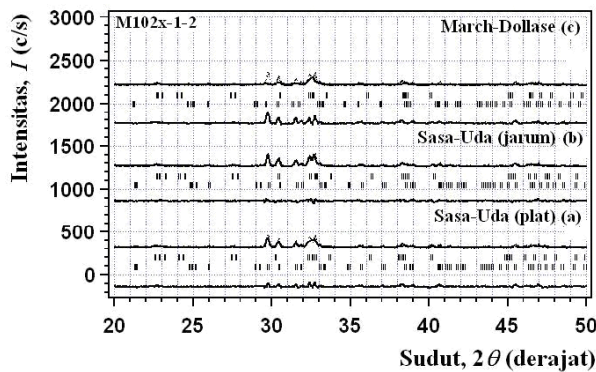
Gambar 3. Profil pola difraksi sinar-X hasil analisis dengan metode *Rietveld* pada cuplikan YM1.

Tabel 1. Parameter U dan parameter kisi (a, b, c) hasil penghalusan.

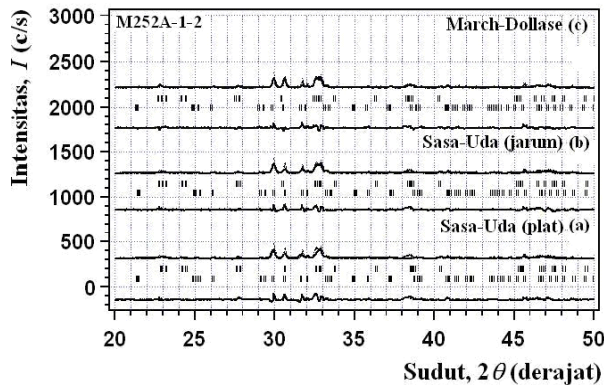
Cuplikan	$U (\text{°})^2$	Parameter kisi					
		Fasa-123			Fasa-211		
		a (Å)	b (Å)	c (Å)	a (Å)	b (Å)	c (Å)
Y123	0,0655(5)	3,890(2)	3,826(2)	11,694(7)	-	-	-
YM0	0,155(1)	3,896(1)	3,830(1)	11,717(2)	12,221(5)	5,672(2)	7,154(4)
YM1	0,083(1)	3,888(1)	3,825(1)	11,697(3)	12,191(5)	5,660(3)	7,141(2)
YM2	0,088(1)	3,892(3)	3,828(3)	11,70(1)	12,19(1)	5,664(5)	7,141(7)
YM3	0,181(1)	3,887(2)	3,822(2)	11,751(5)	12,193(5)	5,664(2)	7,139(3)
YM4	0,146(2)	3,885(3)	3,835(3)	11,764(8)	12,19(1)	5,661(5)	7,140(5)



Gambar 4. Profil pola difraksi sinar-X hasil analisis dengan metode Rietveld pada cuplikan YM2.



Gambar 5. Profil pola difraksi sinar-X hasil analisis dengan metode Rietveld pada cuplikan YM3.



Gambar 6. Profil pola difraksi sinar-X hasil analisis dengan metode Rietveld pada cuplikan YM4.

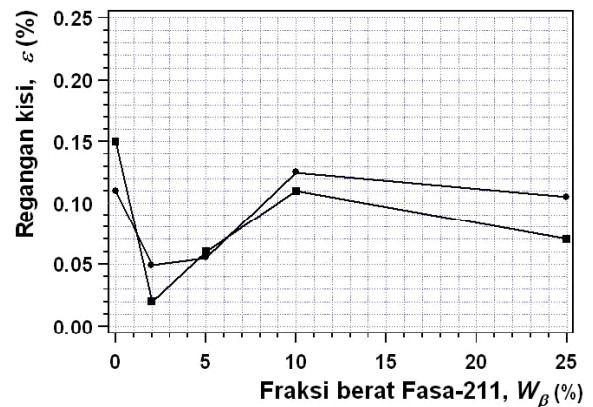
$S_{st} = 1,30$  [7], semakin kecil harga faktor  $S$  semakin baik kualitas *fitting*. Data faktor  $S$  untuk masing-masing fungsi OP ditunjukkan pada Tabel 3. Tampak pada tabel tersebut bahwa OP untuk cuplikan Y123, YM0 dan YM3 lebih cocok jika didekati dengan fungsi Sasa-Uda (kristal jarum), sedangkan untuk YM1 dan YM4 paling cocok menggunakan fungsi March-Dollase dan YM2 lebih sesuai jika didekati dengan fungsi Sasa-Uda (kristal plat). Juga tampak pada Tabel 3, bahwa semua profil pola difraksi memiliki faktor  $S$  yang kecil, bahkan lebih kecil dari harga  $S_{st}$ , kecuali profil YM4. Parameter  $U$  dan parameter kisi ( $a, b, c$ ) pada Tabel 2 adalah parameter hasil penghalusan

Tabel 3. Faktor  $S$  dari cuplikan Y123, YM0, YM1, YM2, YM3 dan YM4 hasil analisis Rietveld dengan memasukkan fungsi OP : Sasa-Uda dan March-Dollase.

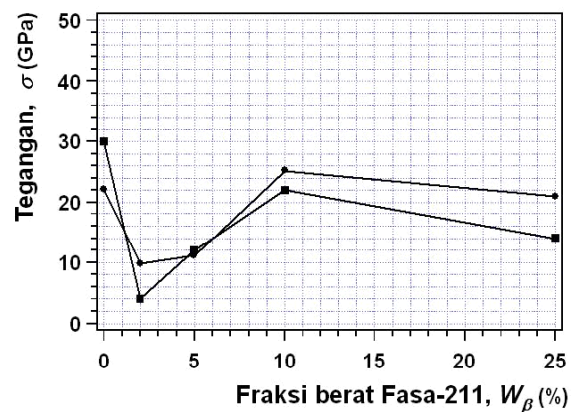
Cuplikan	Fungsi Orientasi Preferred		
	Sasa-Uda (Plate)	Sasa-Uda (Needle)	March-Mollase
Y123	1,345	1,145	1,213
YM0	1,150	1,092	1,169
YM1	1,898	2,020	1,317
YM2	1,242	1,385	1,352
YM3	1,407	1,198	1,891
YM4	1,722	1,543	1,475

berdasarkan model fungsi OP yang memberikan faktor  $S$  terkecil tadi.

Selanjutnya berdasarkan data parameter  $U$  pada Tabel 2 dihitung harga regangan  $e_{hkl}$  dan tegangan sisa  $\sigma$ , berturut-turut menggunakan persamaan (7) dan (10). Hasil perhitungan ditunjukkan pada Tabel 4. Perubahan harga  $e_{hkl}$  dan tegangan sisa  $\sigma$  terhadap fraksi berat  $Y_2BaCuO_5$  berturut-turut ditunjukkan pada Gambar 7 dan Gambar 8. Tampak pada gambar tersebut bahwa  $YBa_2Cu_3O_{7-x}$  hasil pelelehan mengalami regangan



Gambar 7. Regangan kisi  $\epsilon$  (kurva ■) dan  $\langle ehkl \rangle$  (kurva ●) masing-masing terhadap fraksi berat fasa-211,  $W_\beta$  (%).



Gambar 8. Tegangan sisa  $\sigma(\epsilon)$  (kurva ■) dan  $\sigma(\langle ehkl \rangle)$  (kurva ●) masing-masing terhadap fraksi berat fasa-211,  $W_\beta$  (%).

rata-rata  $\langle e_{hkl} \rangle = 0,110(1) \%$  relatif terhadap  $YBa_2Cu_3O_{7-x}$  hasil proses sintering dan tegangan sisa rata-rata  $\sigma = 22,169(1)$  GPa. Hal ini terjadi akibat adanya pelelehan sebagian, sehingga butir-butir yang sebelumnya terorientasi secara acak, menjadi mengarah ke suatu arah dan sejumlah pori-pori terisi. Tampak bahwa harga tegangan sisa dari data pelebaran puncak difraksi dapat dihitung dengan ketelitian hingga tiga angka di belakang koma.

Akan tetapi pada saat matriks  $YBa_2Cu_3O_{7-x}$  ditambah bahan aditif  $Y_2BaCuO_5$  sebanyak  $W_\beta < 10 \%$  berat, terjadi pelepasan regangan/tegangan. Tampak bahwa pada  $W_\beta < 10 \%$  berat, telah terjadi pengurangan regangan  $YBa_2Cu_3O_{7-x}$  sebesar 50 % dan oleh karena itu terjadi pelepasan tegangan rata-rata sekitar juga 50 %, karena tegangan berbanding lurus dengan regangan. Keberadaan sejumlah tertentu  $Y_2BaCuO_5$  sebagai sisipan di dalam matrik  $YBa_2Cu_3O_{7-x}$  ternyata dapat melepaskan regangan/tegangan sisa pada matriks  $YBa_2Cu_3O_{7-x}$ . Namun penambahan bahan aditif  $Y_2BaCuO_5$  lebih lanjut, yakni  $W_\beta \geq 10 \%$  berat pada matriks  $YBa_2Cu_3O_{7-x}$ , harga regangan/tegangan sisa kembali naik ke harga semula, yakni harga regangan/tegangan sisa sebelum penambahan bahan aditif. Seperti telah disebutkan pada bagian pendahuluan bahwa pada  $YBa_2Cu_3O_{7-x}$  hasil proses pelelehan banyak dijumpai cacat kristal antara lain *crack*, *stacking faults* dan dislokasi [7]. Terbentuknya regangan dan tegangan sisa pada  $YBa_2Cu_3O_{7-x}$  hasil proses pelelehan adalah akibat adanya cacat-cacat kristal tersebut. Ini berarti penambahan aditif  $Y_2BaCuO_5$  hingga  $W_\beta < 10 \%$  berat, menyebabkan berkurangnya cacat-cacat kristal tersebut dan cacat kristal bertambah lagi pada  $W_\beta \geq 10 \%$  berat.

**Tabel 4.** Regangan rata-rata pada arah [hkl], dengan faktor konversi 0,01745 rad/derajat.

No.	Cuplikan	$U (\circ)^2$	$U_o (\circ)^2$	$\Delta U (\circ)^2$	$\langle e_{hkl} \rangle (\%)$	$\sigma$ (GPa)
1.	YM0	0,155(1)	0,0655(5)	0,089(1)	0,110(1)	22,169(1)
2.	YM1	0,083(1)	0,0655(5)	0,017(1)	0,049(1)	9,802(1)
3.	YM2	0,088(1)	0,0655(5)	0,022(1)	0,055(1)	11,115(1)
4.	YM3	0,181(1)	0,0655(5)	0,115(1)	0,125(1)	25,184(1)
5.	YM4	0,146(2)	0,0655(5)	0,080(2)	0,105(2)	21,024(1)

Dari data pergeseran puncak difraksi YM0, YM1, YM2, YM3 dan YM4 relatif terhadap puncak difraksi Y123 (Tabel 5) dapat dihitung regangan kisi dalam arah sumbu utama kristal, yakni  $\epsilon_{11}$ ,  $\epsilon_{22}$  dan  $\epsilon_{33}$  dengan menggunakan

**Tabel 5.** Puncak difraksi,  $2\theta (\circ)$  dari YM0, YM1, YM2, YM3, YM4 dan Y123.

No.	(hkl)	Puncak difraksi, $2\theta (\circ)$					
		Y123	YM0	YM1	YM2	YM3	YM4
1.	(003)	22,793	22,749	22,788	22,770	22,681	22,656
2.	(103)	32,486	32,429	32,491	32,464	32,416	32,412
3.	(013)	32,770	32,719	32,770	32,743	32,705	32,631
4.	(005)	38,456	38,380	38,447	38,416	38,262	38,218
5.	(113)	40,318	40,254	40,326	40,291	40,274	40,223
6.	(006)	46,556	46,463	46,545	46,507	46,317	46,263
7.	(200)	46,650	46,575	46,678	46,635	46,688	46,724
8.	(020)	47,486	47,429	47,499	47,456	47,532	47,367

persamaan (8). Dalam hal ini harga  $d$  adalah jarak antar bidang pada YM0, YM1, YM2, YM3 dan YM4, dan  $d_0$  adalah jarak antar bidang pada Y123. Harga  $d$  untuk menghitung  $\epsilon_{11}$ , dan berturut-turut adalah  $d_{200}$ ,  $d_{020}$  dan  $d_{003}$  masing-masing dari pola difraksi YM0, YM1, YM2, YM3, YM4. Demikian pula harga  $d_0$  untuk menghitung  $\epsilon_{22}$ , dan juga berturut-turut adalah  $d_{200}$ ,  $d_{020}$  dan  $d_{003}$ , tetapi diambil dari pola difraksi Y123.

Harga regangan kisi  $\epsilon_{11}$ ,  $\epsilon_{22}$  dan regangan kisi rata-rata, ditunjukkan pada Tabel 6. Tampak bahwa harga regangan rata-rata, pada Tabel 6 sepadan dengan harga regangan *rms* rata-rata pada arah [hkl],  $\langle \epsilon \rangle$  yang ditunjukkan pada Tabel 4. Oleh karena kurva regangan sisa terhadap fraksi berat  $Y_2BaCuO_5$  juga sepadan dengan kurva regangan sisa  $\langle e_{hkl} \rangle$  terhadap fraksi berat  $Y_2BaCuO_5$  pada Gambar 7, demikian pula harga tegangannya pada Gambar 8. Walaupun program RIETAN tidak menampilkan angka ketelitian bagi harga  $\epsilon_{11}$ ,  $\epsilon_{22}$  dan  $\epsilon_{33}$  yang diperoleh dari persamaan (8) tetap bermanfaat, karena dapat mengidentifikasi sifat regangan, apakah regangan tekan atau regangan tarik. Tabel 6 memperlihatkan bahwa kristal  $YBa_2Cu_3O_{7-x}$  pada cuplikan YM0 dan YM2 mengalami regangan tarik, baik dalam arah sumbu-*a*, sumbu-*b* dan sumbu-*c*. Sedangkan pada YM1, YM3 dan YM4, kristal  $YBa_2Cu_3O_{7-x}$  mengalami regangan tekan pada arah sumbu-*a* dan sumbu-*b*, tetapi regangan tarik dalam arah sumbu-*c*.

**Tabel 6.** Regangan kisi rata-rata sepanjang arah sumbu utama kristal.

No.	Cuplikan	Regangan kisi (%)				
		$\epsilon_{11}$	$\epsilon_{22}$	$\epsilon_{33}$	$\langle \epsilon \rangle$ (%)	$\sigma$ (GPa)
1.	YM0	0,15	0,11	0,19	0,15	30
2.	YM1	-0,06	-0,02	0,02	0,02	4
3.	YM2	0,03	0,06	0,10	0,06	12
4.	YM3	-0,08	-0,09	0,49	0,11	22
5.	YM4	-0,15	-0,24	0,60	0,07	14

Jadi penambahan bahan aditif  $Y_2BaCuO_5$  tidak memberikan pengaruh yang teratur, apakah regangan / tegangan tarik atau tekan, terhadap struktur kristal  $YBa_2Cu_3O_{7-x}$ . Hal ini mungkin karena bahan mendapat pengaruh medan regangan yang tidak homogen. Terjadinya pergeseran posisi puncak (Tabel 5) dan pelebaran puncak difraksi YM0, YM1, YM2, YM3 dan YM4 relatif terhadap Y123 pada sudut yang besar

**Tabel 7.** Lebar setengah tinggi puncak maksimum, FWHM ( $\circ$ ) dari YM0, YM1, YM2, YM3, YM4 dan Y123.

No.	(hkl)	Lebar setengah tinggi puncak maksimum, FWHM ( $\circ$ )					
		Y123	YM0	YM1	YM2	YM3	YM4
1.	(003)	0,2168	0,2076	0,1943	0,2057	0,1462	0,1579
2.	(103)	0,1744	0,1621	0,1531	0,1629	0,1529	0,1691
3.	(013)	0,1732	0,1612	0,1523	0,1618	0,1540	0,1701
4.	(005)	0,1504	0,1521	0,1404	0,1436	0,1836	0,2050
5.	(113)	0,1437	0,1539	0,1391	0,1396	0,1971	0,2219
6.	(006)	0,1259	0,1786	0,1452	0,1379	0,2437	0,2827
7.	(200)	0,1257	0,1793	0,1455	0,1380	0,2468	0,2878
8.	(020)	0,1242	0,1848	0,1475	0,1394	0,2540	0,2951

(Tabel 7), adalah bukti bahwa medan regangan pada bahan tidak homogen. Namun demikian dari data-data tersebut masih dapat ditarik kesimpulan bahwa penambahan  $Y_2BaCuO_5$  sebesar  $W_\beta < 10\%$  berat mengakibatkan penyusutan regangan/tegangan dan penambahan  $Y_2BaCuO_5$  lebih lanjut, yakni  $W_\beta \geq 10\%$  berat menyebabkan regangan/ tegangan rata-rata kristal  $YBa_2Cu_3O_{7-x}$  cenderung kembali seperti pada YMO (cuplikan tanpa penambahan  $Y_2BaCuO_5$ ).

## KESIMPULAN

Data difraksi sinar-X dari  $YBa_2Cu_3O_{7-x}$  hasil proses pelelehan menunjukkan adanya pergeseran posisi puncak dan juga pelebaran puncak difraksi pada sudut yang besar dan penyempitan puncak difraksi pada sudut kecil, relatif terhadap *profile* puncak difraksi  $YBa_2Cu_3O_{7-x}$  hasil proses sintering.  $YBa_2Cu_3O_{7-x}$  hasil proses pelelehan berada dalam pengaruh medan regangan yang tidak homogen. Penambahan  $Y_2BaCuO_5$  sebesar  $W_\beta < 10\%$  berat mengakibatkan penyusutan regangan/tegangan, sedangkan penambahan  $Y_2BaCuO_5$  lebih lanjut, yakni  $W_\beta \geq 10\%$  berat, menyebabkan regangan atau tegangan rata-rata kristal  $YBa_2Cu_3O_{7-x}$  cenderung kembali seperti pada  $YBa_2Cu_3O_{7-x}$  tanpa penambahan bahan aditif  $Y_2BaCuO_5$ .

## UCAPAN TERIMAKASIH

Ucapan terimakasih disampaikan kepada semua pihak yang terkait dengan kegiatan penelitian ini, terutama para teknisi di PTBIN, Bapak Drs. Sumanto (Ka Bag TU), Bapak Dr. Setyo P. (Ka BKAN) dan Bapak Dr. Ridwan (Ka PTBIN).

## DAFTAR PUSTAKA

- [1]. A.V. RIESSEN AND B.H. O'CONNOR, *J. Am. Ceram. Soc.* **76** (8), (1993) 2133
- [2]. XUN-LI WANG, C.R. HUBBARD, K.B. ALEXANDER, P.F. BECHER, J.A. FERNANDEZ-BACA AND S. SPOONER, *J. Am. Ceram. Soc.* **77**(6), 1569 (1994)
- [3]. D. BALZAR, R.B. VON DREELE, K. BENNETT AND H. LEDBETTER, *J. Appl. Physics.* **84** (9), (1998) 4822
- [4]. N.C. POPA AND D. BALZAR, *J. Appl. Cryst.* **34**, 187 (2001)
- [5]. D. BALZAR, N. AUDEBRAND, M.R. DAYMOND, A. FITCH, A. HEWAT, J.I. LANGFORD, A. LE BAIL, D. LOUER, O. MASSON, C.N. McCOWAN, N.C. POPA, P.W. STEPHENS AND B.H. TOBY, *J. Appl. Cryst.* **37**, (2004) 911
- [6]. D. BALZAR AND N.C. POPA, *Rigaku J.* **22**, 16 (2005)
- [7]. M. MURAKMI, *Sci. Technol.* **5**, 185 (1992)
- [8]. FUJIO IZUMI, *Rigaku J.* **6**, 10 (1989)

- [9]. T. LEVENTOURI, *Physica C* **277**, 82 (1997)
- [10]. H.P. KLUG AND L.E. ALEXANDER, *X-ray Diffraction Procedures*, 2nd ed., pp 618-708, Wiley, New York, (1974)
- [11]. G. CAGLIOTTI, A. PAOLETTI AND F.P. RICCI, *Nucl. Instrum.* **3**, (1958) 223-228
- [12]. XUN-LI WANG, CAMDEN R. HUBBARD, KATHLEEN B. ALEXANDER, PAUL F. BECHER, JAIME A. FERNANDEZ-BACA AND STEVE SPOONER, *J. Am. Ceram. Soc.* **77**, (1994) 1569-75
- [13]. NEIL McN ALFORD, DARKO BRACANOVIC, SOJI ODULEYE, MARLENE POOLE AND NISHIL MALDE, *Stress/Strain Measurements and Modelling of HTS Conductors*, <http://ecce1.lsbu.ac.uk/research/pem/report/Final%20report%20%20GRM62204%20Tapes.htm>.
- [14]. E. SUKIRMAN, W. ARIADI, D. S. WINATAPURA DAN YUSTINUS, *Jurnal Ilmiah Teknik Mesin*, Vol. **8**, No. 2, (2006) 79-90