

PENGARUH MILLING TERHADAP STRUKTUR, FASA DAN SIFAT MAGNETIK SISTEM KOMPOSIT Co-Al

Sri Mulyaningsih¹, Setyo Purwanto², Wisnu Ari Adi² dan Mujamilah²

¹Pusat Penelitian Metalurgi (P2M) - LIPI

Kawasan Puspiptek, Serpong 15314, Tangerang

²Pusat Teknologi Bahan Industri Nuklir (PTBIN) - BATAN

Kawasan Puspiptek, Serpong 15314, Tangerang

ABSTRAK

PENGARUH MILLING TERHADAP STRUKTURMIKRO, FASA DAN SIFAT MAGNETIK SISTEM KOMPOSIT Co-Al. Telah dilakukan penelitian tentang pengaruh waktu *milling* terhadap sifat magnetik bahan komposit Co-Al. Penelitian dilakukan dengan mencampur serbuk Co dan Al di dalam *vial stainless steel* menggunakan *High Energy Milling (HEM)*. Komposisi yang digunakan adalah $\text{Co}_{73}\text{Al}_{27}$ wt% dengan rasio perbandingan berat campuran serbuk Co-Al terhadap bola-bola baja 1:2,7. Waktu *milling* divariasikan pada 4,5 jam, 12 jam dan 20 jam. Hasil pengamatan dari pola difraksi sinar-x menunjukkan terjadi penurunan ukuran kristalit dari 103,04 Å menjadi 71,536 Å dan 18,576 Å. Pengamatan sifat magnetik bahan dilakukan menggunakan VSM model OXFORD versi 2.1, hasil pengukuran menunjukkan harga M_s mengalami penurunan dari 156 emu/g, 113 emu/g dan 107 emu/g. Hal ini menunjukkan bahwa proses *miling* berpengaruh terhadap sifat magnetik bahan.

Kata kunci : Komposit Co-Al, magnetik, *high energy milling*

ABSTRACT

EFFECT OF MILLING ON THE STRUCTURE, PHASE, AND MAGNETIC PROPERTIES ON THE COMPOSITE SYSTEM OF Co-Al. The experiment about the milling time effect on the magnetic properties of composite Co-Al materials has been done. The experiment was carried out by high energy milling (HEM) to refine Co and Al sample powder. The composition of sample was $\text{Co}_{73}\text{Al}_{27}$ wt% with weight ratio to the ball was 1:2.7. The milling time was varied for 4.5, 12 and 20 hours. Identification of the X-ray diffraction data shows a decline of the crystallite size from 103.04 μO to 71.536 μO and finally 18.576 μO for 20 hours milling. The measurement of magnetic behavior of the sample was carried out by VSM model OXFORD version 2.1. The data shows the decline of the M_s value from 156 emu/gr to 113 emu/gr and 107 emu/gr. It is shown that milling process influenced the magnetic behavior.

Key words : Composite Co-Al, magnetic, high energy milling

PENDAHULUAN

Penelitian tentang magnetoresistan sistem *granular alloy* banyak dipelajari pada bahan berbasis Co [1-3]. Makalah ini mengulas tentang studi awal bahan komposit yang akan digunakan sebagai bahan magnetoresistan sistem *granular alloy* berbasis Co-Al.

Sistem magnetoresistan *granular alloy* dapat terjadi apabila sistem tersebut terdiri dari *granular-granular* yang sangat halus dengan ukuran partikel berskala nano. Dimana *granular* yang bersifat magnetik yang dikelilingi oleh *granular* non magnetik atau dapat juga bahan bersifat magnetik.

Komposit Co-Al dirancang untuk mendapatkan sistem *granular alloy* Co yang tertanam/dikelilingi oleh matriks yang berbentuk oksida. Pada sistem *granular alloy* $\text{Co-Al}_x\text{O}_y$ *granular-granular* Co tersebar, antara *granular* Co dengan *granular* Co yang lain dipisahkan

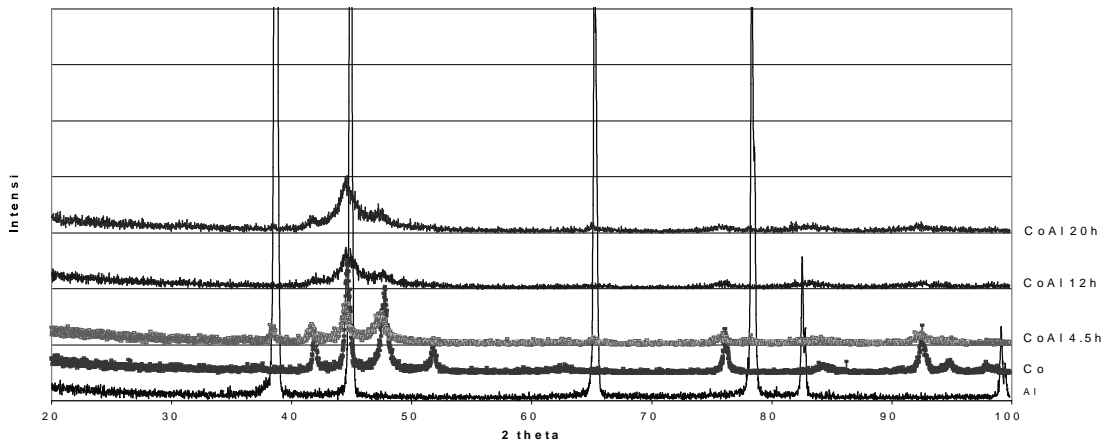
oleh *granular* yang lebih kecil dalam bentuk oksida (matriks) [4].

Co mempunyai sifat alotropi dimana stabil pada suhu kamar dengan fasa HCP dan akan bertransformasi menjadi fcc apabila dipanaskan diatas suhu transisi $T_t = 695$ K. Begitupun, Co-FCC juga dapat ditemukan pada suhu kamar yaitu apabila Co mempunyai ukuran kristalit yang sangat halus [5]. Transformasi dari Co-HCP ke FCC juga dapat dilakukan dengan menggunakan *ball milling*.

METODE PERCOBAAN

Bahan

Bahan dasar yang digunakan dalam penelitian ini adalah : Serbuk kobal (Co) dengan ukuran partikel



Gambar 1. Pola difraksi sinar-x serbuk Al, Co, Co-Al milling 4,5 jam, Co-Al milling 12 jam dan Co-Al milling 20 jam.

13 µm dari Merck, serbuk aluminium (Al) dengan ukuran partikel 350 mesh.

Cara Kerja

Bahan magnetoresistan memerlukan ukuran kristalit yang besarnya hanya beberapa nanometer sehingga komposit yang akan digunakan sebagai bahan magnetoresistance juga merupakan bahan yang mempunyai ukuran kristalit yang sangat halus. Untuk itu Serbuk Co dan Al di campur didalam vial stainless steel kemudian dilakukan penggerusan dengan menggunakan High Energy Milling (HEM)

sehingga diperoleh campuran serbuk Co-Al yang sangat halus.

Komposisi yang digunakan mengacu kepada komposisi bahan yang telah menghasilkan nilai magnetoresistance terbaik pada sistem granular alloy Co-Al_xO_y thin films yang telah dilakukan [6]. Proses milling ini juga berakibat naiknya fasa Co-FCC, sebagaimana telah dikemukakan bahwa akibat proses milling dengan tumbukan-tumbukan yang hebat, akan terjadi akumulasi stacking fault sehingga Co-HCP akan bertransformasi menjadi FCC [7]. Serbuk hasil milling kemudian dianalisis menggunakan difraksi sinar-x untuk

Tabel 1. Identifikasi fasa untuk Co, Al, CoAl milling 4,5 jam, 12 jam dan 20 jam dengan menggunakan data dari perangkat lunak JCPDS-ICDD.

Sampel / No puncak	Harga d		2 theta (intensitas relative)		Indeks Miller h k l	No. File JCPDS-PDF#	Fasa	
	Eksperimen	ICDD	Eksperimen	ICDD				
Al	1	2.3317	2.3380	38.680 (100)	38.472 (100)	1 1 1	04-0787	fcc
	2	2.0232	2.0240	44.875 (37.0)	44.738 (54)	2 0 0		
	3	1.4334	1.4310	65.190 (16.1)	65.133 (36)	2 2 0		
	4	1.2225	1.2210	78.345 (14.1)	78.227 (46)	3 1 1		
	5	1.1709	1.1690	82.525 (3.9)	82.435 (14)	2 2 2		
	6	1.0120	1.0124	99.460 (0.7)	99.078 (5)	4 0 0		
Co	1	2.1565	2.1650	41.965 (36.6)	41.863 (12)	1 0 0	05-0727	hcp
	2	2.0367	2.0230	44.560 (100)	44.762 (40)	0 0 2	05-0727	hcp
	3	1.9073	1.9100	47.765 (69.1)	47.568 (70)	1 0 1	05-0727	hcp
	4	1.2533	1.2500	76.070 (24.4)	75.939 (85)	1 1 0	05-0727	hcp
	5	1.0692	1.0688	92.480 (19.5)	92.537 (100)	1 1 2	05-0727	hcp
	6	1.0479	1.0470	94.930 (4.1)	94.733 (76)	2 0 1	05-0727	hcp
	7	1.0246	1.0233	97.810 (2.8)	97.657 (24)	2 2 2	15-0806	fcc
CoAl 4.5h	1	2.3445	2.3380	38.460 (48.8)	38.609 (100)	1 1 1	01-1180	Al c
	2	2.1715	2.1650	41.660 (36.3)	41.638 (12)	1 0 0	05-0727	Co hcp
	3	2.0448	2.0467	44.375 (100)	44.216 (100)	1 1 1	15-0806	Co fcc
	4	1.9209	1.9100	47.407 (65.3)	47.568 (70)	1 0 1	05-0727	Co hcp
	5	1.2229	1.2532	75.185 (10.8)	75.853 (41)	2 2 0	15-0806	Co fcc
	6	1.0702	1.0688	92.360 (11.7)	92.244 (57)	3 1 1	15-0806	Co fcc
CoAl 12h	1	2.1614	2.1600	41.865 (10.5)	41.683 (12)	1 0 0	05-0727	Co hcp
	2	2.0393	2.0467	44.500 (100)	44.216 (100)	1 1 1	15-0806	Co fcc
	3	1.9141	1.9100	47.585 (19.5)	47.568 (70)	1 0 1	05-0727	Coahcp
CoAl 20h	1	2.1616	2.1650	41.860 (18.6)	41.863 (12)	1 0 0	05-0727	Co hcp
	2	2.0422	2.0467	44.435 (100)	44.216 (100)	1 1 1	15-0806	Co fcc
	3	1.9200	1.9100	47.430 (25.0)	47.568 (70)	1 0 1	05-0727	Co hcp

mengetahui fasa yang terbentuk dan ukuran kristalit akibat proses *milling*.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Pengukuran difraksi sinar-x dilakukan pada suhu ruang dengan sudut 2θ antara 20 sampai dengan 100 derajat. Pola difraksi menunjukkan terdapat perubahan yang signifikan terutama pada sampel hasil *milling* 12 jam dan 20 jam, yaitu tidak saja terdapat sejumlah puncak yang menghilang, tetapi juga intensitas yang rendah dan puncak difraksi yang melebar. Hal ini menunjukkan bahwa partikel sudah menjadi halus dan proses *milling* ini juga menyebabkan terjadi transformasi dari Co-HCP ke Co-FCC pada sebagian Co, lihat Tabel 1. Untuk sampel hasil *milling* 4,5 jam posisi puncak-puncak difraksi masih teridentifikasi baik yaitu secara keseluruhan merupakan gabungan pola difraksi dari Co dan Al yang mengalami pelebaran akibat efek penghalusan. Pola difraksi Co dan Al standar dan campuran Co-Al *milling* 4,5 jam, 12 jam dan 20 jam dapat dilihat pada Gambar 1.

Identifikasi pola difraksi dari sampel dilakukan dengan mencocokkan nilai harga d dan 2θ yang didapat dari hasil pengukuran XRD yang telah dianalisis menggunakan perangkat lunak APD PW 1710 buatan Philips dengan *data base* dari JC PDS-ICDD dengan menggunakan perangkat lunak PCpdfwin dapat dilihat pada Tabel 1.

Sesuai dengan hasil penelitian sebelumnya [8], bahwa proses *milling* dapat menyebabkan terjadinya transformasi fasa dari Co-HCP ke Co-FCC, sebagai akibat adanya akumulasi *stacking fault*. Hal ini juga sesuai dengan penjelasan [9] bahwa terdapat 2 kemungkinan yang menyebabkan terjadinya *stacking*

fault yaitu *deformation fault* dan *twin fault*. Dalam hal Co, pada kondisi normal pada suhu ruang stabil dengan fasa HCP. Proses *milling* akan menyebabkan terjadinya *deformation fault* dimana Co-HCP pada bidang basal terjadi dislokasi *Shockley* dari struktur ... ABABAB menjadi ... ABABCACA... Juga terjadi *twin fault* sebagai akibat formasi *twin boundaries*, dan yang terjadi adalah ... ABABCBC Dari Tabel 1. dapat dilihat bahwa terdapat puncak-puncak Co-HCP yang menghilang dan terjadi pertumbuhan fasa Co-FCC setelah proses *miling*.

Untuk mengetahui ukuran kristalit dari sistem komposit Co-Al [9], dapat dihitung secara kualitatif dengan menggunakan rumus yang berikan oleh Scerrer terhadap puncak (111) :

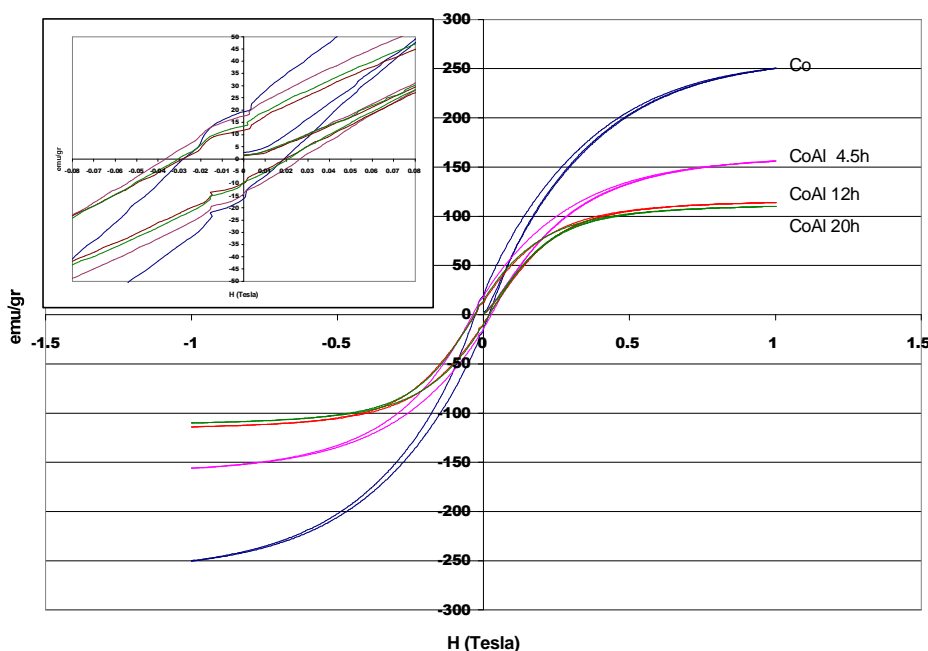
$$B(2\theta) = \frac{0,94 \lambda}{L \cos \theta} \dots\dots\dots (1)$$

Dimana $B(2\theta)$ adalah *fullwidth half maximum* (FWHM), λ adalah panjang gelombang Cu dan L adalah dimensi ukuran kristal. Hasil perhitungan ukuran kristalit dari sampel hasil *milling* dapat dilihat pada Tabel 2.

Tabel 2. hasil perhitungan ukuran kristalit secara kuantitatif.

Sampel	Ukuran kristalit (?)
Milling 4.5 jam	143,6165
Miling 12 jam	71,53604
Milling 20 jam	18,57575

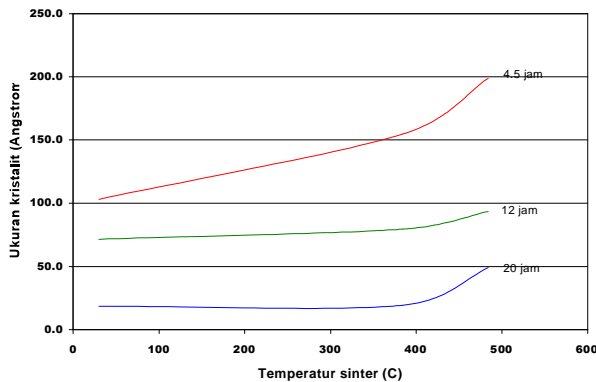
Beberapa penelitian telah membuktikan bahwa Co yang mempunyai ukuran kristalit sangat halus pada suhu kamar stabil pada



Gambar 3. Kurva hiteresis Co standar dan Co-Al *milling* 4,5 jam, 12 jam dan 20 jam.

fasa FCC [5,7,8]. Tabel 2 dan Gambar 2 menjelaskan ukuran kristalit yang dihitung berdasarkan pola difraksi dari sampel Co-Al hasil *milling* terhadap puncak (111). Ukuran kristalit semakin menurun sesuai dengan lamanya waktu *milling* yaitu dari 3 μm sebelum proses *milling* menjadi 143,6 \AA , 71,5 \AA dan 18,6 \AA , hal ini semakin memperkuat adanya fasa Co FCC didalam sampel hasil *milling*.

Untuk mengetahui sifat magnetik bahan akibat pengaruh proses *milling* dilakukan pengukuran magnetisasi bahan dengan memakai alat *Vibrating Sample Magnetometer (VSM)* model *OXFORD* versi 2.1. Pengukuran dilakukan terhadap sampel Co standar dan sampel campuran serbuk Co-Al setelah proses *milling*. Pola yang terjadi dapat dilihat pada kurva histerisis Gambar 3, Gambar 4 dan Tabel 3.



Gambar 4. Distribusi harga koersivitas (H_c), magnetisasi jenuh (M_s) dan magnetisasi sisa (M_r) akibat proses *milling*.

Tabel 3. Harga magnetisasi jenuh (M_s), magnetisasi sisa (M_r) dan koersivitas (H_c) sampel Co standar dan Co-Al *milling* 4,5 jam, 12 jam, 20 jam.

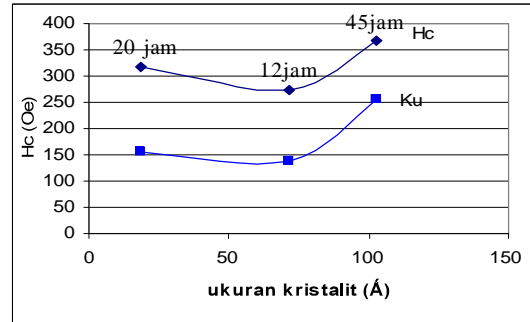
Sampel	M_s (emu/gr)	M_r (emu/gr)	H_c (Oe)
Co standar	250	19	275
CoAl <i>milling</i> 4,5 jam	156	17,5	367
CoAl <i>milling</i> 12 jam	113	9,27	275
CoAl <i>milling</i> 20 jam	110	13,5	317

Dari data hasil pengukuran *VSM* menunjukkan nilai (M_s) semakin menurun seiring bertambah waktu proses *milling*. Karena harga M_s untuk Co-HCP hampir sama dengan Co-FCC, maka hal ini kemungkinan disebabkan oleh pengaruh *granular* Al. Semakin lama proses *milling* akan menyebabkan *granular* Al maupun Co semakin mengecil sehingga semakin banyak *granular* Al yang menghalangi interaksi antar *granular* Co.

Sedangkan sifat anisotropi (K_1) pada *bulk* Co-HCP dan Co-FCC mempunyai perbedaan yang cukup berarti K_1 (HCP) = $5,10^6$ erg/cm³ dan K_1 (FCC) = $0,8 \times 10^6$ erg/cm³, kemudian dihitung nilai anisotropi uniaksial (K_u) berdasarkan hasil pengukuran *VSM* berdasarkan rumus yang digunakan $H_c = 2 K_u/M_s$ [8].

Tabel 4. harga anisotropi uniaksial (K_u).

Sampel	Nilai K_u
4.5 jam <i>milling</i>	$0,255.10^6$
12 jam <i>milling</i>	$0,138.10^6$
20 jam <i>milling</i>	$0,155.10^6$



Gambar 5. Distribusi nilai H_c dan anisotropi uniaksial terhadap waktu *milling* dan ukuran kristalit.

Seperti diketahui bahwa terdapat korelasi antara nilai koersivitas suatu bahan dengan nilai anisotropi, hal yang sama juga untuk nilai anisotropi uniaksial. Hasil perhitungan secara kuantitatif terhadap hasil pengukuran kurva histerisis menunjukkan bahwa nilai K_u berkorelasi dengan nilai H_c , yaitu semakin lama waktu *milling* ukuran kristalit semakin kecil dan nilai H_c menurun. Akan tetapi, pada sampel 20 jam *milling* terjadi anomali nilai H_c yaitu nilai H_c naik. Pola seperti ini diduga sebagai akibat berkurangnya kontribusi interaksi pertukaran antar partikel Co karena terhalang oleh fasa aluminium amorf.

KESIMPULAN

1. Proses *miling* menyebabkan terjadinya transformasi fasa dari Co-HCP menjadi Co-FCC akibat akumulasi *stacking fault* dan proses *milling* ini tidak menyebabkan terjadinya pertumbuhan fasa baru.
2. Proses *milling* menyebabkan penurunan nilai M_s dan H_c , akan tetapi terdapat anomali nilai H_c pada 20 jam *milling* yang cenderung naik, hal ini diduga akibat berkurangnya kontribusi interaksi pertukaran antar partikel Co karena terhalang oleh fasa aluminium amorf. Namun demikian studi tentang hal ini perlu dilakukan lebih mendalam.

DAFTARACUAN

- [1]. M. OHNUMA, et. al., *J. Appl. Phys.*, **82** (11) (1997)
- [2]. S. MITANI, et. al., *J. Appl. Phys.*, **83** (11) (1998)
- [3]. K. YAKUSHIJI, et. al., *J. of Magnetism and Magnetic Mat.*, **212** (2000) 75-81
- [4]. S. MITANI, et. al., *The American Phys. Society*, **81** (13) (1998)
- [5]. J. SORT, et. al., *Acta Materialia* XX (2003) XXX-XXX.

- [6]. M. OHNUMA, et. al., *J. of Apply Phys.*, **87** (2) (2000)
- [7]. J. SORT, et. al., *Philosophical Magazine*, **83** (4) (2003)
- [8]. J. SORT, et. al., *Phys. Review B*, **68** (0144XX) (2003)
- [9]. B. E. WARREN, *X-Ray Diffraction*, Dover Publication, Inc, New York, (1968)