

## ANALISIS FASA KRISTAL BAHAN GELAS METALIK BERBASIS ZIRKONIUM ANTARA TEMPERATUR 410°C - 430°C

Haning Hasbiyati<sup>1\*</sup>, Triwikantoro<sup>2</sup>

Program Studi Magister Fisika, Institut Teknologi Sepuluh Nopember, Surabaya, Indonesia<sup>1\*</sup>  
Email : hasbee@physics.its.ac.id

Dosen Fisika, Institut Teknologi Sepuluh Nopember, Surabaya, Indonesia<sup>2</sup>

### Abstrak

Telah dilakukan analisis fasa kristal yang terbentuk pada bahan gelas metalik pada paduan  $Zr_{69,5}Cu_{12}Ni_{11}Al_{7,5}$ ,  $Zr_{68}Cu_{14}Ni_{11}Al_{7,5}$ , dan  $Zr_{64,5}Cu_{17}Ni_{11}Al_{7,5}$  yang dipanaskan pada temperatur 410°C, 420°C, dan 430°C selama 1 jam. Sampel diuji dengan difraksi sinar-X (XRD) sebelum dan sesudah pemanasan untuk mengetahui fasa kristal yang terbentuk. Hasil identifikasi menunjukkan fasa kristal yang terbentuk selama pemanasan terdiri dari  $ZrO_2$  berstruktur tetragonal sebagai fasa dominan. Selain itu terdapat fasa intermetalik  $Cu_{10}Zr_7$  pada ketiga paduan. Ukuran butir fasa kristal yang terbentuk dihitung dengan menggunakan persamaan Scherrer. Untuk fasa  $ZrO_2$  tetragonal ukuran kristalnya berkisar 5-16 nm dan  $Cu_{10}Zr_7$  ortorombik berkisar antara 8-21 nm.

Kata kunci: gelas metalik, zirkonium, pemanasan

### 1. Pendahuluan

Bahan gelas metalik merupakan logam dengan struktur amorf dan bentuk seperti gelas. Kombinasi kekuatan dan keuletan tinggi pada paduan gelas memberikan tipe baru pada teknologi industri logam (Zhang, dkk., 2007). Selain itu diketahui bahwa bahan gelas metalik berbasis zirkonium, mempunyai stabilitas termal yang baik dan daerah supercooled liquid yang lebar (Wang, dkk., 2006). Sehingga bahan gelas metalik digunakan dalam beberapa aplikasi dalam industri yaitu untuk *casing handphone*, pisau bedah, raket tenis, dan perhiasan. Gelas metalik juga dikembangkan sebagai dasar material untuk nanoteknologi, karena tidak ada material logam yang prosesnya sebaik gelas metalik (Nanonet interview, 2004). Dalam penelitian ini akan dilakukan analisa terhadap fasa kristal terbentuk selama pemanasan 1 jam antara 410°C - 430°C pada bahan gelas metalik berbasis zirkonium Zr-Cu-Ni-Al yaitu  $Zr_{69,5}Cu_{12}Ni_{11}Al_{7,5}$ ,  $Zr_{68}Cu_{14}Ni_{11}Al_{7,5}$ , dan  $Zr_{64,5}Cu_{17}Ni_{11}Al_{7,5}$ . Tujuan yang diharapkan adalah ukuran butir fasa kristal yang terbentuk mencapai ukuran nanometer.

### 2. Metode Penelitian

Metode yang digunakan dalam penelitian ini adalah eksperimen. Paduan amorf yang digunakan dalam penelitian ini adalah paduan  $Zr_{69,5}Cu_{12}Ni_{11}Al_{7,5}$ ,  $Zr_{68}Cu_{14}Ni_{11}Al_{7,5}$ , dan  $Zr_{64,5}Cu_{17}Ni_{11}Al_{7,5}$ . Sampel dipotong kemudian salah satu permukaannya dipoles dengan SiC dan dibersihkan dengan alkohol. Selanjutnya sampel dipanaskan dengan menggunakan *furnace* tak vakum pada temperatur 410-430°C

(variasi temperatur) selama 1 jam. Setelah dipanaskan sampel didinginkan di udara terbuka. Untuk mengetahui fasa kristal yang terbentuk sampel diuji dengan menggunakan difraksi sinar-X (*X-Ray Diffraction*). Perhitungan ukuran kristal menggunakan persamaan Scherrer :

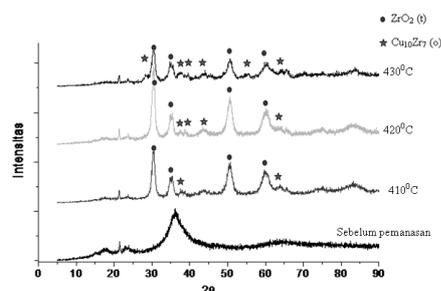
$$D = \frac{0,9\lambda}{B \cos \theta}$$

Dengan D adalah ukuran kristal, B lebar setengah puncak maksimum (*Full Width Half Maximum*),  $\lambda$  adalah panjang gelombang sinar-X dan  $\theta$  adalah sudut Bragg pada puncak difraksi.

### 3. Hasil

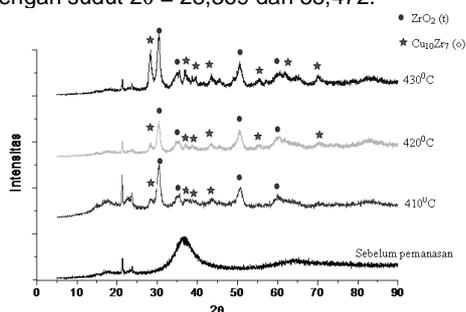
#### 3.1 Identifikasi Fasa yang Terbentuk

Hasil difraksi sinar X untuk paduan dengan variasi komposisi dan variasi temperatur pemanasan dapat dilihat pada gambar 1-3 sebagai berikut.



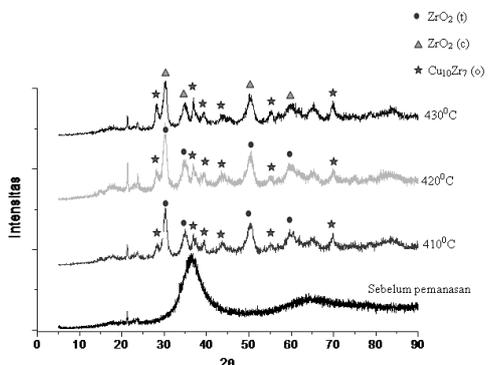
Gambar 1. Pola difraksi sinar-X paduan  $Zr_{69,5}Cu_{12}Ni_{11}Al_{7,5}$  sebelum dan sesudah pemanasan selama 1 jam dengan variasi temperatur

Pola difraksi paduan  $Zr_{69,5}Cu_{12}Ni_{11}Al_{7,5}$  sebelum dan sesudah pemanasan selama 1 jam dengan variasi temperatur terlihat pada Gambar 1. Fasa-fasa yang terbentuk dominan adalah  $ZrO_2$  untuk setiap pemanasan. Fasa  $ZrO_2$  untuk semua pemanasan berstruktur tetragonal pada sudut  $2\theta = 30,417; 35,360; 50,622; \text{ dan } 60,108$  dengan no PDF 14-0534. Fasa intermetalik yang terbentuk untuk semua variasi pemanasan adalah  $Cu_{10}Zr_7$  mempunyai struktur ortorombik dengan no PDF 43-0993 pada pemanasan  $410^\circ C$  dengan sudut  $2\theta = 37,464 \text{ dan } 63,911$ . Pada pemanasan  $420^\circ C$  muncul puncak dengan sudut  $2\theta = 38,693$  dan  $43,463$ . Pada pemanasan  $430^\circ C$  muncul puncak dengan sudut  $2\theta = 28,369 \text{ dan } 55,472$ .



Gambar 2. Pola difraksi sinar-X paduan  $Zr_{68}Cu_{14}Ni_{11}Al_7$  sebelum dan sesudah pemanasan selama 1 jam dengan variasi temperature

Pola difraksi paduan  $Zr_{68}Cu_{14}Ni_{11}Al_7$  sebelum dan sesudah pemanasan selama 1 jam dengan variasi temperatur ditunjukkan oleh Gambar 2. Terlihat bahwa fasa oksida dominan yang terbentuk tetap  $ZrO_2$  untuk semua variasi pemanasan dengan no PDF 17-0923 yang berstruktur tetragonal pada semua sudut  $2\theta = 30,493; 35,572; 50,720; \text{ dan } 59,660$ . Fasa intermetalik yang terbentuk adalah  $Cu_{10}Zr_7$  berstruktur ortorombik dengan no PDF 43-0993. Pada pemanasan  $410^\circ C$  puncak terlihat dengan sudut  $2\theta = 28,471; 36,750; 39,426; \text{ dan } 43,607$ . Pada pemanasan  $420^\circ C$  puncak bertambah pada sudut  $2\theta = 55,374 \text{ dan } 69,934$ . Pada pemanasan  $430^\circ C$  puncak bertambah lagi pada sudut  $2\theta = 61,852$ .



Gambar 3. Pola difraksi sinar-X paduan  $Zr_{64,5}Cu_{17}Ni_{11}Al_{7,5}$  sebelum dan sesudah pemanasan selama 1 jam dengan variasi temperatur

Pola difraksi paduan  $Zr_{64,5}Cu_{17}Ni_{11}Al_{7,5}$  sebelum dan sesudah pemanasan selama 1 jam dengan variasi temperatur ditunjukkan oleh Gambar 3. Terlihat bahwa fasa oksida dominan yang terbentuk adalah  $ZrO_2$ . Pada pemanasan  $410^\circ C$  dan  $420^\circ C$  terlihat pada sudut  $2\theta = 30,34; 34,907; 50,494; \text{ dan } 60,371$  dengan no PDF 17-0923 yang berstruktur tetragonal. Namun pada pemanasan  $430^\circ C$  fasa  $ZrO_2$  berstruktur kubik dengan no PDF 03-0640 dengan sudut  $2\theta = 30,34; 34,907; 50,461; \text{ dan } 60,371$ .

### 3.2 Ukuran Butir

Ukuran butir kristal dihitung dengan menggunakan persamaan Scherrer disertai dengan koreksi alat. Analisis lebar setengah puncak (FWHM) yang digunakan untuk menghitung ukuran kristal dilakukan dengan bantuan software winfit karena dari hasil difraksi sinar-x tidak mencantumkan nilai FWHMnya. Perubahan ukuran kristal adalah merupakan indikasi terjadinya proses kristalisasi. Berikut ukuran butir pada paduan  $Zr_{69,5}Cu_{12}Ni_{11}Al_{7,5}$ ,  $Zr_{68}Cu_{14}Ni_{11}Al_7$ , dan  $Zr_{64,5}Cu_{17}Ni_{11}Al_{7,5}$  setelah pemanasan.

Tabel 1: Ukuran butir kristal yang terbentuk pada paduan  $Zr_{69,5}Cu_{12}Ni_{11}Al_{7,5}$  setelah pemanasan.

Temperatur	Ukuran Butir $Cu_{10}Zr_7$ (nm)	Ukuran Butir $ZrO_2(t)$ (nm)
$410^\circ C$	8,697630	11,65795
$420^\circ C$	13,88433	15,24478
$430^\circ C$	12,71565	12,55175

Tabel 2: Ukuran butir kristal yang terbentuk pada paduan  $Zr_{68}Cu_{14}Ni_{11}Al_7$  setelah pemanasan.

Temperatur	Ukuran Butir $Cu_{10}Zr_7$ (nm)	Ukuran Butir $ZrO_2(t)$ (nm)
$410^\circ C$	21,40955	5,94034
$420^\circ C$	12,30980	10,10774
$430^\circ C$	13,73009	6,462312

Tabel 3: Ukuran butir kristal yang terbentuk pada paduan  $Zr_{64,5}Cu_{17}Ni_{11}Al_{7,5}$  setelah pemanasan

Temperatur	Ukuran Butir $Cu_{10}Zr_7$ (nm)	Ukuran Butir $ZrO_2(t)$ (nm)	Ukuran Butir $ZrO_2(c)$ (nm)
$410^\circ C$	9,334150	6,219154	-
$420^\circ C$	8,642940	15,93800	-
$430^\circ C$	9,694802	-	5,75792

Berdasarkan Tabel 1-3 menunjukkan ukuran butir kristal pada paduan Zr-Cu-Ni-Al masing-masing pemanasan untuk fasa oksida yaitu  $ZrO_2$  tetragonal berkisar antara 5-16 nm dan  $ZrO_2$  kubik berkisar 5 nm. Fasa intermetalik adalah  $Cu_{10}Zr_7$  ortorombik berkisar antara 8-21 nm.

#### 4. Pembahasan Hasil

Berdasarkan hasil uji XRD didapatkan fasa  $ZrO_2$  dominan terbentuk, hal ini disebabkan pemanasan sampel berlangsung dalam furnace tak vakum, sehingga efek atmosfer dalam hal ini adalah oksigen berpengaruh terhadap pembentukan fasa kristal. Mekanismenya adalah molekul oksigen dari atmosfer ketika mencapai permukaan gelas metalik akan terjadi penyerapan secara cepat. Kemudian terjadi pemisahan molekul oksigen menjadi ion-ion oksigen. Dengan meningkatnya temperatur, energi termal yang diterima paduan juga bertambah dan energi ini digunakan oleh paduan untuk bereaksi dengan atmosfer (oksigen) membentuk oksida. Fasa kristal  $Cu_{10}Zr_7$  merupakan fasa intermetalik yang terbentuk pada daerah eutektik yaitu pembentukan kristal dari fasa amorf menjadi kristal dengan komposisi yang berbeda sehingga Cu memiliki kemampuan difusi yang baik yang membuat Cu akan lebih cepat membentuk ikatan dengan Zr.

Ukuran butir kristal dengan penambahan temperatur ada yang meningkat dan ada juga yang menurun. Semakin tinggi temperatur yang diberikan semakin besar pula ukuran kristal yang terbentuk. Hal ini diperkuat dengan pola difraksi sinar-x dimana ketika temperatur dinaikkan, puncak difraksi yang muncul semakin tinggi dan tajam. Semakin tinggi temperaturnya maka lebar setengah puncak (FWHM) semakin kecil. Karena ukuran kristal berbanding terbalik dengan nilai FWHM, maka semakin kecil FWHMnya ukuran kristal yang terbentuk semakin besar. Ukuran butir kristal yang meningkat dengan peningkatan temperatur disebabkan oleh semakin besar energi termal yang diterima oleh paduan. Energi termal ini digunakan untuk bertransformasi dari amorf ke kristal. Pada penurunan ukuran butir kristal dengan peningkatan temperatur, kemungkinan karena terjadinya transformasi dari fasa kristal yang satu ke fasa kristal yang lain.

#### 5. Kesimpulan

Berdasarkan hasil karakterisasi termal pada paduan  $Zr_{69.5}Cu_{12}Ni_{11}Al_{7.5}$ ,  $Zr_{64.5}Cu_{17}Ni_{11}Al_{7.5}$ , dan  $Zr_{68}Cu_{14}Ni_{11}Al_7$  pada temperatur  $410^\circ C$ ,  $420^\circ C$ , dan  $430^\circ C$  fasa oksida dominan yang terbentuk adalah  $ZrO_2$  berstruktur tetragonal dengan ukuran butir kristal berkisar antara 5-16 nm. Fasa intermetalik yang terbentuk adalah  $Cu_{10}Zr_7$  berstruktur ortorombik dengan ukuran butir kristal berkisar antara 8-21 nm.

#### 6. Pustaka

- Cullity, B.D., Stock, S.R., (2001), *Elements of X-ray diffraction*, Prentice Hall.
- Nanonet.go.jp (2008) "Metallic Glass" opens a new field in materials science— Development of new light-weight, high-strength materials — <http://www.nanonet.go.jp/english/mailmag/2004/014a.html>.
- Wang, X.D., Wang, Q., Jiang, J.Z. (2006), "Avrami exponent and isothermal crystallization of Zr/Ti-based bulk metallic

glasses", *Journal of Alloys and Compounds*, Vol. 440, hal. 189–192.

Zhang, W., Jia, F., Zhang, Q., Inoue, A. (2007), "Effects of additional Ag on the thermal stability and glass-forming ability of Cu–Zr binary glassy alloys", *Materials Science and Engineering A*, Vol. 459, hal. 330–336.