

PENELITIAN PENATAAN-JANGKAU-PENDEK LOGAM-PADUAN Ni_3Fe DEKAT SUHU PERALIHAN TERTATA KE TAK TERTATA MELALUI PENGUKURAN RESISTIVITAS LISTRIK.

Zuharli AMILIUS

Pusat Penelitian Teknik Nuklir - Badan Tenaga Atom Nasional

ABSTRAK

PENELITIAN PENATAAN-JANGKAU-PENDEK LOGAM-PADUAN Ni_3Fe DEKAT SUHU PERALIHAN TERTATA KE TAK TERTATA MELALUI PENGUKURAN RESISTIVITAS LISTRIK. Logam-paduan di sekitar komposisi Ni_3Fe yang secara teknik dinamai Permalloy dan Supermalloy, banyak dipakai sebagai transformator listrik, transduser, kepala magnet pembaca. Karakteristiknya yang penting adalah permeabilitas yang tinggi. Di bawah suhu peralihan tertata ke tak tertata bahan ini berstruktur tipe Cu_3Au . Di atas suhu ini terdapat daerah histeresis sebelum mencapai daerah tataan-jangkau-pendek dan daerah acak. Pada percobaan ini evolusi tataan-jangkau-pendek diikuti dengan melihat perubahan resistivitas (tahanan) listrik bahan. Untuk itu dilakukan pengukuran isokron dan isoterm. Dari pengukuran isoterm diperoleh berturut-turut pada suhu 760 K, 780 K dan 790 K menghasilkan masa relaksasi sebesar 225 menit, 320 menit dan 90 menit, serta energi difusi diri sebesar 2,98 eV. Dari pengukuran isokron diperoleh energi difusi diri sebesar 3,2 eV.

ABSTRACT

THE STUDY OF SHORT-RANGE ORDERING ON Ni_3Fe ALLOY NEAR THE ORDER-DISORDER TRANSITION TEMPERATURE THROUGH ELECTRICAL RESISTIVITY MEASUREMENT. Alloys near the composition Ni_3Fe , which are technically called Permalloy and Supermalloy, are widely used as electrical transformer, transducer, magnetic head reader etc. The important characteristics are their high permeability. Below the order-disorder transition temperature they possess the Cu_3Au type structure. There exists a zone of hysteresis above this temperature before reaching the short-range ordered and disordered zone at much higher temperature. In this experiment the evolution of short-range order was followed by observing the change in electrical resistivity of the material. In that case isochronic and isothermic measurements were carried out. From the isothermic measurement at 760 K, 780 K and 790 K, relaxation times of 225, 320 and 90 minutes respectively as well as a self-diffusion energy of 2.98 eV were found. From the isochronic measurement a self-diffusion energy of 3.2 eV was found.

PENDAHULUAN.

Logam paduan berkomposisi dekat Ni_3Fe mengikuti peralihan tertata ke tak tertata tingkat pertama. Diagram fasa dan parameter penataan-jangkau-pendeknya pada keadaan seimbang sebagai fungsi suhu telah diketahui. Dalam penelitian ini dikaji mekanisme untuk sampai pada keadaan seimbang ini. Dengan tujuan tersebut, di dalam makalah ini dilaporkan kinetika penataan-jangkau-pendek logam-paduan ini di dekat suhu peralihan penataan. Untuk itu telah dilakukan pengukuran hambatan jenis listrik agar memperoleh gambaran mengenai waktu dan suhu dalam kinetika ini.

Dalam bab ini pertama-tama akan diuraikan sedikit data dan penelitian Ni_3Fe yang telah

dilakukan sebelum ini. Kemudian dibahas teori tentang transformasi tertata ke tak tertata, kinetika penataan dan hubungan antara hambatan jenis listrik dan tataan-jangkau-pendek. Dalam bab-bab selanjutnya berturut-turut dibahas penyediaan cuplikan, peralatan yang dipakai, tatakerja dan percobaan. Logam-logam paduan nikel-besi mempunyai sifat fisika yang istimewa, yang sangat berbeda dengan sifat-sifat kedua logam pematunya. Sistem yang komposisinya dekat pada komposisi stoikiometrik Ni_3Fe secara teknik dinamai Permalloy dan Supermalloy. Paduan ini banyak dipakai di dalam kehidupan sehari-hari, seperti pada transformator listrik, relai peka, amplifikator magnetik, reaktan, kepala magnetik pembaca,

transduser, kurungan magnetik dan sebagainya. Karakteristiknya yang penting adalah permeabilitas magnetik yang tinggi.

Beberapa gejala menarik telah diamati orang tentang sifat-sifat fisika logam-paduan ini, yaitu variasi tiba-tiba bagi kebanyakan sifat fisiknya segera setelah melintasi suhu peralihan tertata ke tak tertata. Semua anomali ini disebabkan oleh gejala struktural tertata ke tak tertata.

Struktur γ kubik-berpusat-di-sisi pada besi tetap dipertahankan pada paduan yang kaya akan nikel ini. Transformasi feromagnetik-paramagnetik hanya terjadi setelah melewati titik Curie. Di bawah suhu peralihan tertata ke tak tertata paduan ini berubah menjadi berstruktur tipe Cu_3Au (atau tipe L1_2). Atom nikel berada di pusat sisi-sisi kubus sedangkan atom besi di sudut-sudutnya.

Diagram fasa logam paduan ini telah diselidiki oleh beberapa peneliti [1,2,3,4,5,6]. Suhu peralihan tertata ke tak tertata berada di sekitar 773 K [7,8,9,10], tetapi Behot dkk. [10] mendapat nilai 793 K. Wakelin dan Yates [7] dan Behot dkk. [10] mengamati adanya histeresis pada diagram fasa logam paduan ini. Calvayrac [9] di samping menentukan parameter tataan-jangkau- panjang dan suhu peralihan dengan difraksi sinar-X, juga telah menentukan daerah histeresis yang lebarnya kira-kira 10° , yang memisahkan daerah tertata terhadap daerah tak tertata. Daerah ini terdiri atas dua bagian. Jika ditelusuri dari suhu rendah ke suhu tinggi, terdapat daerah fasa tunggal yang tertata di antara suhu T_1 dan T_2 , serta daerah dwi fasa tertata dan tak tertata di antara T_2 dan T_3 .

Perubahan keadaan tertata-jangkau-panjang dan tertata- jangkau-pendek oleh perlakuan panas akan tercermin pada keseluruhan sifat logam-paduan, baik sifat fisiknya (sifat termik, listrik, magnetik dsb.) maupun sifat mekaniknya (modulus elastik, kekerasan dsb.). Resistivitas listrik pada berbagai logam-paduan memperlihatkan anomali pada suhu peralihan, sebagai fungsi suhu dan perlakuan. Tercatat juga perbedaan kelakuan menurut perlakuan panas yang diterapkan. Bergantung pada bahannya, resistivitas listrik itu dapat menurun atau meningkat jika ketertataan meningkat. Penelitian resistivitas sebagai fungsi suhu perlakuan merupakan salah satu

cara untuk mempelajari transformasi dari tertata ke tak tertata dan kinetika penataan.

Seperti juga tertata keseimbangan, sifat-sifat fisika suatu logam-paduan pada suatu suhu tertentu setelah waktu yang tak terhingga lamanya akan mencapai harga keseimbangan. Dengan mengamati ketergantungan resistivitas pada waktu selama anil isoterm, dapat ditarik kesimpulan tentang laju penataan dan masa pencapaian penataan lengkap. Masa relaksasi bagi sifat-sifat fisika yang berbeda dapat sangat berbeda, disebabkan oleh proses yang berbeda yang berkaitan dengan tahap-tahap penataan yang berbeda.

Menurut hukum Matthiesen kontribusi oleh fonon dan cacat struktur adalah aditif. Resistivitas sisa suatu bahan adalah resistivitas selain resistivitas yang disebabkan oleh fonon. Keadaan ketertataan memberikan sumbangannya pada resistivitas sisa.

Di sini dalam pengkajian kinetika penataan dipakai metoda resistivitas, untuk itu umumnya diterima bahwa variasi resistivitas sebanding dengan variasi derajat tataan-jangkau-pendek α : $\rho = K \alpha$. Karena itu, mirip seperti derajat tataan-jangkau-pendek α , berlaku hubungan berikut:

$$(\rho - \rho_{set}) / (\rho_0 - \rho_{set}) = (1 + \tau^{-1} t)^{1/(1-\gamma)} \quad (1)$$

$$\text{dengan } \tau = (\gamma - 1) K^{1-\gamma} (\rho_0 - \rho_{set})^{\gamma-1} \quad \text{untuk } \gamma = 1 \quad (2)$$

$$(\rho - \rho_{set}) / (\rho_0 - \rho_{set}) = \exp(-t/\tau) \quad \text{untuk } \gamma = 1 \quad (3)$$

Dalam hal ini ρ , ρ_{set} serta ρ_0 berturut-turut adalah resistivitas pada saat t , pada keadaan setimbang dan pada saat awal (pada saat $t = 0$) dan γ tingkat reaksi, yang untuk bahan Ni_3Fe adalah 1.

Gibson [11] membahas pengaruh ketertataan jangkau-pendek terhadap resistivitas sisa. Ia menyimpulkan bahwa ketertataan jangkau-pendek dapat meningkatkan atau menurunkan resistivitas, tergantung pada posisi relatif permukaan Fermi terhadap batas daerah Brillouin. Beal [12] telah memakai pendekatan yang sama tetapi terbatas pada tetangga terdekat saja.

Rossiter dan Wells [13] telah menghitung resistivitas sisa suatu logam-paduan biner yang disebabkan oleh difusi elektron konduksi dan menyatakannya dalam masa relaksasi. Dengan hanya memandang hamburan s-s dan dengan

menyatakan fungsi gelombang elektron s sebagai fungsi Bloch, ia tiba pada ungkapan berikut:

$$\rho = \text{konstanta} \cdot (m_A m_B / k_o^3 n) \sum c_i \bar{\alpha}_i Y(R_i, k_o, q) \quad (4)$$

Disini m_A dan m_B berturut-turut adalah fraksi-atom A dan B , k_o jari-jari permukaan Fermi, n jumlah elektron konduksi per atom dan c_i jumlah atom pada tetangga ke- i , R_i jarak tetangga ke- i dan α_i harga rata-rata α_i untuk tetangga ini dan q adalah parameter tabir dalam potensial Coulomb tertabir. Y adalah suatu integral ternormalisasi sehingga $Y = 1$ pada $R_i = 0$.

Dalam hal logam-paduan dari logam peralihan persoalannya adalah terletak pada perhitungan integral tumpang-tindih (overlap) d-d. Rossiter dan Wells tak dapat memecahkannya karena fungsi gelombang d tidak diketahui secara terperinci.

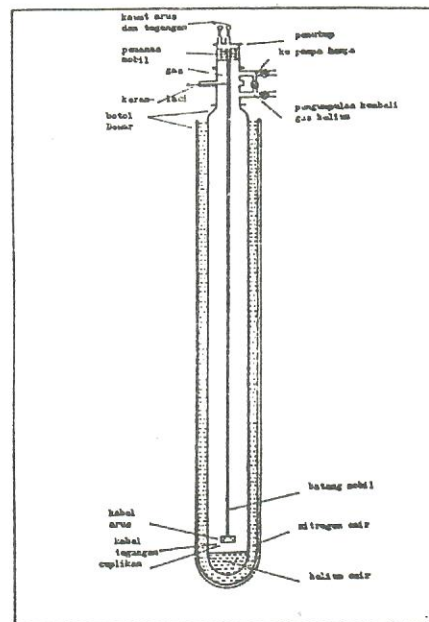
TATAKERJA DAN PERCOBAAN.

Cuplikan yang dipergunakan dibuat dari ingot logam-paduan $Ni_{0,765}Fe_{0,235}$, bahan yang sama seperti yang dipergunakan oleh Lefebvre dkk. [14,15] dalam penelitian dengan percobaan hamburan difusi neutron. Suhu kritik penataan logam-paduan ini telah ditentukan dengan difraksi sinar-X, yaitu 771 ± 2 K.

Cuplikan dibuat dalam bentuk pita dari pelat tercanai dingin, berukuran panjang 3,0 cm, lebar 0,1 cm dan tebal 6 μ m. Analisis spektrometrik menunjukkan adanya zat pengotor aluminium dan mangan berkadar kecil sekali dan karbon berkadar 0,013%.

Percobaan dilakukan di Laboratorium Zat Padat, Division Recherche Fondamentale, Centre d'Etudes Nucleaires de Grenoble (C.E.N.G.). Alat yang dipakai dibuat oleh Balanzat [16]. Dengan alat ini dapat dilakukan pengukuran resistivitas pada suhu rendah (suhu helium cair), sehingga sumbangan resistivitas dari getaran kisi kristal dapat dlenyapkan. Di samping itu dengan alat ini dapat dilakukan pemanasan *in situ* dan *quench* cepat sekali, sehingga pada suhu rendah keadaan struktural cuplikan pada suhu tinggi dapat dipertahankan pada suhu rendah.

Alat ini, yang dalam bentuk skema diperlihatkan pada Gambar 1, terdiri atas kriostat setinggi 1 meter, berupa tabung kaca dewar lapis dua dengan dua jendela vertikal yang secara diametral berhadap-hadapan di sepanjang tabung. Di bagian atas terdapat lilitan pemanas



Gambar 1. Skema alat anil, *quenching* dan pengukur hambatan jenis pada suhu rendah.

kecil yang berada di dalam gas helium dan dapat memanaskan cuplikan dari suhu kamar sampai 900 K. Cuplikan diletakkan di ujung tabung batang baja tahan karat, yang di dalamnya tersalur kawat listrik. Cuplikan dipegang horisontal, setelah dipanaskan lalu di *quench* dengan cara pencelupan cepat ke dalam atmosfer helium dingin di atas permukaan helium cair. Laju *quench* dapat mencapai 2000° sampai 3000° per detik.

Yang ditentukan sebenarnya adalah hambatan listrik cuplikan, diukur dengan "cara empat kawat" memakai arus yang kontinyu. Pengukuran resistivitas dilakukan pada saat cuplikan tercelup di dalam helium cair. Tahanan dihitung dari hasil pengukuran potensial dan arus. Titik tangkap potensial yang terbuat dari tembaga dilas-titikkan pada cuplikan. Besar arus adalah 0,1 A mantap sampai 10^{-5} A, yang diukur dengan hambatan baku dan voltmeter digital. Setelah diperkuat 10 000 kali potensial diukur pada voltmeter digital. Ketelitian nisbi nilai hambatan terukur adalah $5 \times 10^{-5} \Omega$.

Untuk dapat memperhitungkan efek gaya termolistrik dan hambatan kontak, potensial

diukur untuk dua arah arus yang berlawanan. Dengan mengukur arus dalam dua arah, efek gaya termolistrik ini dalam perhitungan lenyap, sedangkan efek hambatan kontak terhapus dengan mengkoreksi hasil pengukuran potensial ketika arus berjalan dan ketika arus nol. Besar efek-efek parasit ini sekitar 2% pada suhu tinggi dan sekitar 1% pada suhu kamar.

Dalam makalah ini dilaporkan pengukuran resistivitas dengan cara pemanasan isokron dan pemanasan isoterm. Maksud pemanasan isokron adalah menentukan berbagai daerah suhu, yaitu daerah dimana masa pemanasan cukup untuk mencapai keseimbangan dan daerah di mana kinetika evolusi berlangsung lebih lambat. Untuk melakukan perlakuan isoterm, agar dapat menemui kinetika yang dapat diamati, kita harus berada di dalam daerah kedua di atas. Untuk maksud itu dilakukan dua cara pemanasan isokron. Pada cara pertama dilakukan pemanasan pada suhu tertentu selama masa tertentu, kemudian diulang pada suhu-suhu lain yang makin menurun, akhirnya pada suhu-suhu yang makin menaik. Pada cara kedua dilakukan pemanasan pada suhu-suhu yang makin menaik, bertolak dari keadaan awal suhu yang cukup rendah.

Pengukuran isoterm dilakukan dengan pemanasan selama masa yang lama pada suhu tertentu.

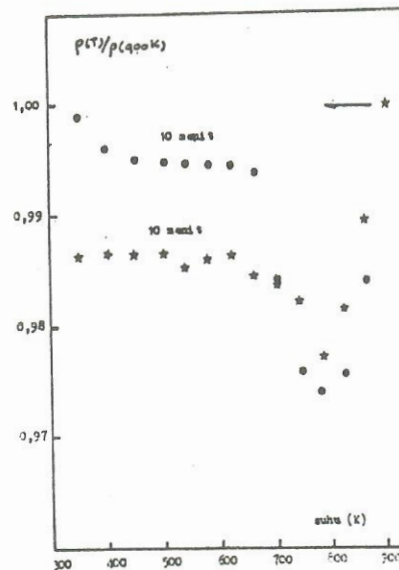
HASIL-HASIL.

Pengukuran isokron cara pertama dilakukan pada suhu-suhu menurun dari 900 K sampai 640 K dan menaik kembali dengan masa pemanasan 5 dan 10 menit. Pengukuran kedua dilakukan pada suhu bervariasi dari 350 K sampai 900 K, dengan masa pemanasan 10 menit.

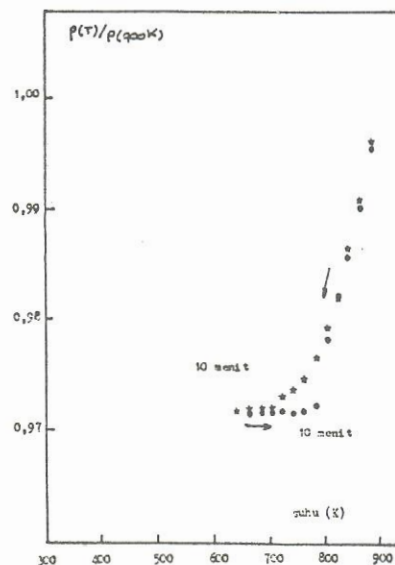
Titik-titik eksperimental yang diperoleh diperlihatkan pada Gambar 2 dan 3.

Dari kurva-kurva ini dapat diperoleh gambaran tentang daerah kinetika dimana dapat dilakukan pengukuran isoterm. Dapat juga diambil kesimpulan bahwa waktu relaksasi pada suhu 800 K adalah sekitar 10 menit.

Pengukuran isoterm dilakukan pada suhu 760 K selama 225 menit, 780 K selama 320 menit dan 790 K selama 90 menit, setelah bahan di *quench* dari suhu 900 K. Evolusi hambatan diukur pada suhu pemanasan (760 K, 780 K dan 790 K) dan pada suhu 4 K diperlihatkan pada Gambar 4a, 4b dan 4c.

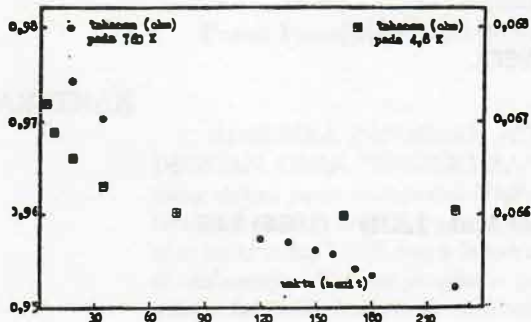


Gambar 2. Kurva pemulihan isokron hambatan jenis dalam Ni_3Fe setelah dari suhu 900 K

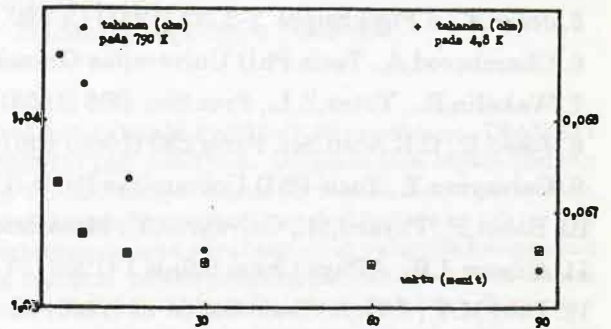


Gambar 3. Kurva pemulihan isokron hambatan jenis dalam Ni_3Fe setelah anil dari suhu 900 K

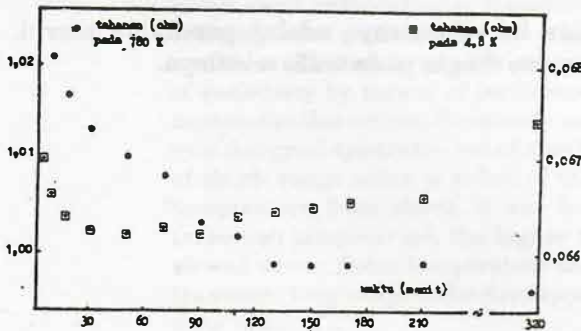
Tampak bahwa kurva-kurva hambatan yang diamati pada suhu 4 K terdiri atas dua bagian, menurun kemudian agak menaik, berbeda dengan yang terlihat pada suhu pemanasan. Penjelasan yang mungkin bagi gejala ini adalah bahwa pada suhu 4 K terdapat dua mekanisme loncatan atom. Dari kurva evolusi hambatan pada suhu 4 K itu diperoleh hasil sebagai berikut. Untuk pemanasan pada 760 K,



Gambar 4a. Evolusi tahanan setelah *quenching* dari 900 K selama 225 menit pada 760 K



Gambar 4c. Evolusi tahanan setelah *quenching* dari 900 K selama 90 menit pada 790 K



Gambar 4b. Evolusi tahanan setelah *quenching* dari 900 K selama 320 menit pada 780 K

780 K dan 790 K berturut-turut masa relaksasinya: 16 menit, 5 menit dan 2,5 menit.

Dari kurva isokron, dengan menaksir masa relaksasi yang sesuai dengan pemanasan pada

800 K, dapat ditaksir pula energi difusi-diri, yaitu 2,98 eV. Dari nilai-nilai masa relaksasi τ kurva-kurva isotherm hambatan pada suhu 4 K di sebelum ini, dengan menentukan kemiringan kurva $\ln \tau$ terhadap $10^3/T$, diperoleh energi difusi-diri sebesar 3,2 eV. Nilai-nilai ini mendekati nilai yang diperoleh Caplain [17], yaitu sebesar 2,88 eV.

KESIMPULAN.

Perubahan tataan jangkau pendek dan jangkau-panjang di dalam logam-paduan $Ni_{0,795}Fe_{0,235}$ telah diikuti dengan mengikuti perubahan resistivitas bahan. Alat yang dipakai, yang dibuat di DRF/CENG memungkinkan bekerja di dalam atmosfer helium dan pada suhu 4,2 K.

Hasil-hasil utama yang diperoleh ialah: pertama, energi difusi-diri dapat ditaksir dari pengukuran isokron dan dari nilai masa karakteristik. Nilai yang diperoleh mendekati 3,0 eV, yang mendekati nilai yang diperoleh Caplain [17] sebesar 2,88 eV. Kedua, kurva isotherm yang diamati pada suhu 4,2 K menunjukkan penurunan cepat yang diikuti oleh kenaikan lambat resistivitas. Tampaknya terdapat dua macam mekanisme loncatan atom dalam perjalanan menuju ketertataan.

DAFTAR PUSTAKA

1. Osmond, F., Castaud, G., Rev. Metallurgie 1 (1904) 69.
2. Hansen, M., Constitution of Binary Alloys, Mc Graw-Hill Book Co., London (1958) 677.
3. Heumann, T., Karsten, G., Arch. Eisenhüttenw. 34 (1963) 781.
4. Ananthanarayan, N. I., Peavler, R. J., Adv. X-Ray Anal. 10 (1967) 240.
5. Josso, E., J. Phys. Suppl. 2-3, 32 (1971) C1-380.
6. Chamberod, A., Tesis PhD Universitas Grenoble (1968).
7. Wakelin, R., Yates, E. L., Proc. Soc. B66 (1953) 221.
8. Josso, E., C. R. Acad. Sci. Paris 230 (1950) 1467.
9. Calvayrac, Y., Tesis PhD Universitas Paris (1972).
10. Behot, F., Fayard, M., Calvayrac, Y., Mem. Scient. Rev. Mat., LXIII 3 (1966) 249.
11. Gibson, J. B., J. Phys. Chem. Solids 1 (1959) 27.
12. Beal, M. T., J. Phys. Chem. Solids 15 (1960) 72.
13. Rossiter, P. L., Wells, P., J. Phys. C: Solid State Phys. 4 (1971) 354.
14. Lefebvre, S., Bley, F., Fayard, M., Roth, M., Acta Met. 29 (1981).
15. Lefebvre, S., Bley, F., Cenedese, P., Mat. Res. Soc. Symp. Proc. 21 (1984) 369.
16. Balanzat, E., Tesis PhD., Grenoble (1983).
17. Caplain A., Tesis PhD Universitas Grenoble (1978).

DISKUSI

Abbas Salihima :

Manfaat apa yang dapat dihasilkan dari penelitian ini? Dimana dapat diaplikasikan di bidang industri?

Zuharli Amelius :

Saya tak dapat menjawab dengan tegas. Penelitian ini sebenarnya adalah penelitian murni. Mungkin penerapannya dalam hal pengaruh panas dan dingin pada trafo misalnya.