

SINTESIS PADUAN Co-Cr MENGGUNAKAN METODE ULTRASONIK

Marzuki Silalahi¹, Dena Nadya Rahayu², Bambang Sugeng¹,
Ferhat Aziz¹ dan Sulistioso Giat Sukaryo¹

¹Pusat Sains dan Teknologi Bahan Maju (PSTBM) - BATAN
Kawasan Puspiptek, Serpong 15314, Tangerang Selatan

²Departemen Fisika - FMIPA IPB

Jl. Jalan Meranti, Kampus IPB Dramaga, Bogor 16680

E-mail: silahimarzuki@gmail.com

Diterima: 22 Februari 2018

Diperbaiki: 29 Maret 2018

Disetujui: 20 April 2018

ABSTRAK

SINTESIS PADUAN Co-Cr MENGGUNAKAN METODE ULTRASONIK. Paduan Co-Cr merupakan material tahan suhu tinggi dan tahan korosi. Penelitian ini bertujuan mensintesis serbuk paduan Co-Cr dengan metode ultrasonik, kemudian dilanjutkan dengan proses *sintering* dalam kapsul kaca kuarsa. Iradiasi ultrasonik yang digunakan pada frekuensi 20 kHz dan amplitudo 40 % dengan komposisi Co : Cr sebesar 80 : 20. Waktu perlakuan sonikasi adalah selama 0 jam, 3 jam, 6 jam, 12 jam, 24 jam, dan 48 jam dalam larutan etanol. Setelah sonikasi selama 48 jam, fasa FCC dari Co mulai bertransformasi menjadi fasa HCP. Perlakuan ultrasonik terhadap campuran Co-Cr juga memberikan efek pengurangan ukuran partikel. Parameter kisi serbuk setelah ultrasonikasi 48 jam adalah: untuk HCP-Co $a = b = 0,25074$ nm dan $c = 0,40699$ nm, untuk FCC-Co $a = b = c = 0,35411$ nm, dan untuk BCC-Cr $a=b=c=0,28827$ nm. Perlakuan ultrasonik selama 48 jam menghasilkan pembentukan paduan Co-Cr dengan persentasi berat sebesar 25,2124. Hasil *sintering* padatan Co-Cr menunjukkan parameter kisi HCP-Co memiliki nilai yaitu $a = b = 0,25230$ nm dan $c=0,41223$ nm, dan FCC-Co $a = b = c = 0,35232$ nm. Terbentuknya *microalloying* CoCr diindikasikan dari hasil EDS, teramati partikel yang mempunyai komposisi Co : Cr = 71,25 : 24,45. Paduan Co-Cr yang terbentuk setelah *sintering* pada 1300 °C adalah sebesar 15,33416 % berat.

Kata kunci: Paduan Co-Cr, Ultrasonik, Amplitudo, *Microalloying*, Struktur kristal

ABSTRACT

SYNTHESIS OF Co-Cr ALLOY USING ULTRASONIC METHOD. Co-Cr alloys are high temperature resistant and corrosion resistant materials. This research aimed to synthesize Co-Cr alloy powder with ultrasonic method, followed by sintering process in quartz glass capsule. Ultra-sonic irradiation was used at 20 kHz frequency and 40 % amplitude with Co : Cr composition ratio of 80 : 20. The treatment time of sonication was for 0, 3, 6, 12, 24, and 48 hours in ethanol solution. After sonication for 48 hours, the FCC phase of Co began to transform into HCP phase. The ultrasonic treatment of the Co-Cr mixture also provided a particle size reduction effect. The parameters of the powder grating after the 48 hours ultrasonication were as follows : for HCP-Co $a = b = 0.25074$ nm and $c = 0.40699$ nm, for FCC-Co $a = b = c = 0.35411$ nm, and for BCC-Cr $a = b = c = 0.28827$ nm. The ultrasonication treatment for 48 hours resulted Co-Cr microalloy of 25.2124 wt%. The result of sintering of Co-Cr solid showed that lattice parameters of HCP-Co were $a = b = 0.25230$ nm and $c = 0.41223$ nm, and FCC-Co $a = b = c = 0.35232$ nm. The formation of Co-Cr microalloying was indicated by EDS results, it was observed that the composition of Co : Cr = 71.25 : 24.45. After sintering process at 1300 °C of ultrasonically treatment Co-Cr powders, the Co-Cr alloy portion is increased become of 15.33416 in wt%.

Keywords: Co-Cr alloy, Ultrasonic, Amplitude, Microalloying, Crystal structure

PENDAHULUAN

Paduan berbasis kobalt merupakan material yang digunakan untuk beroperasi pada suhu tinggi, mempunyai ketahanan korosi dan biokompatibilitas yang baik [1,2]. Untuk meningkatkan sifat mekanik dan kimiawi dari paduan, dilakukan penambahan beberapa elemen, agar strukturmikro paduan Co-Cr lebih stabil [3]. Paduan berbasis Co dengan variasi Cr diharapkan mampu meningkatkan sifat mekanik dan ketahanan korosinya sebagai bahan implan [4]. Selain *stainless steel* dan paduan titanium, paduan kobalt merupakan salah satu material yang dapat diterima oleh tubuh. Paduan Logam tersebut digunakan pada implan gigi, implan penyambung tulang bahu dan pinggul, serta tulang lutut [2,3].

Serbuk paduan yang berskala nano partikel, memiliki luas permukaan yang lebih besar, sehingga kapasitas penyerapan energinya lebih baik dibandingkan dengan paduan serbuk yang berukuran mikrometer [6], akibatnya paduan serbuk berukuran nanometer, dalam hal pembentukan produk dengan metode *additive manufacturing* [5] diperlukan suhu yang lebih rendah, juga menjadi masalah untuk mendapatkan paduan berbentuk nanometer atau mikrometer.

Metode Ultrasonik merupakan salah satu alternatif pembentukan paduan serbuk. Metode ini relatif baru dan efektif [7]. Ultrasonik dengan intensitas tinggi menjadi teknik sintesis untuk material organik dan organometalik. Parameter reaksi yang terjadi dari ultrasonik dengan intensitas tinggi yaitu peronggaan akustik: pembentukan, pertumbuhan, dan pecahnya kavitasi dalam cairan akibat adanya ledakan gelembung kavitasi [8,9]. Energi yang dihasilkan melalui ledakan tersebut bisa menyebabkan partikel kecil bertabrakan satu sama lain dengan energi yang besar, dan juga dapat memecah ukuran partikel menjadi lebih kecil dan homogen, hal tersebut dapat menjadi proses terbentuknya paduan [7].

Pada makalah ini akan dilakukan sintesis paduan Co-Cr menggunakan metode ultrasonik. Dengan paduan Co-Cr berbentuk nano ataupun mikro lebih memudahkan dalam pembentukan untuk bisa diaplikasikan. Fokus penelitian pada makalah ini adalah mendapatkan paduan mikrometer menggunakan metode ultrasonik.

METODE PERCOBAAN

Bahan dan Alat

Bahan-bahan yang digunakan adalah serbuk Co, Cr kemurnian 99% dari *Aldrich*, Etanol absolut (kemurnian 98%) dari *Merck*. Larutan etsa *Kalling's No. 2 Etchant*. Instrumen ultrasonik *SONICS Vibra Cell* dengan frekuensi 20 kHz daya 750 watt. Sedangkan peralatan yang digunakan untuk karakterisasi sampel terdiri dari perangkat *X-Ray Diffraction (XRD)* *PANalytical Empyrean Philips* dengan sumber radiasi

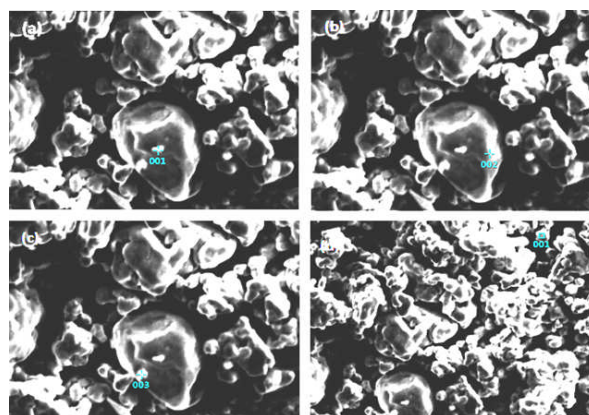
berupa Cu-K α panjang gelombang $\lambda=1,54060 \text{ \AA}$, dan *Scanning Electron Microscope (SEM) JEOL JSM-650LA* dengan percepatan energy sebesar 20 keV yang dilengkapi dengan *Energy Dispersive Spectrometry (EDS)* dan *Hardness Tester*.

Cara Kerja

Campuran serbuk Co-Cr dengan komposisi 80:20 persen berat diultrasonikasi dalam larutan etanol dengan perbandingan volume etanol : serbuk Co-Cr sebesar 7 : 3 pada frekuensi 20 kHz, amplitudo 40 % dengan variasi waktu selama 0 jam, 12 jam, 24 jam, dan 48 jam. Untuk sampel 0 jam dilakukan pencampuran dengan manual didalam mortar. Serbuk hasil ultrasonikasi dikompaksi lalu dikapsulasi dalam gelas kuarsa, keadaannya vakum, kemudian dilakukan proses *sintering* selama 2 jam pada suhu 1300 °C. Secara berturut-turut masing-masing sampel diberi nama 1S, 4S, 5S dan 6S.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Gambar 1 menunjukkan analisis *EDS* dari serbuk Co-Cr akibat sonikasi selama 24 jam, dengan hasil analisis kandungan unsur ditunjukkan pada Tabel 1.



Gambar 1. Analisis SEM setelah ultrasonikasi selama 24 jam, perbesaran 4000x (a). titik 001, (b). titik 002, (c). titik 003 dan (d). Perbesaran 2000x yang diindikasikan titik 001.

Tabel 1. Data analisis EDS setelah ultrasonikasi 24 jam

Titik analisis	Massa (%)	
	Co	Cr
Titik 001(a)	71,65	24,45
Titik 002(b)	92,81	1,60
Titik 003(c)	18,19	80,84
Titik 001(d)	94,40	1,82

Dari Tabel 1 dapat dilihat adanya indikasi penyatuan partikel Co dan Cr (seperti terlihat pada Gambar 1) terjadi pada perlakuan untrasonik (sonikasi) selama 24 jam.

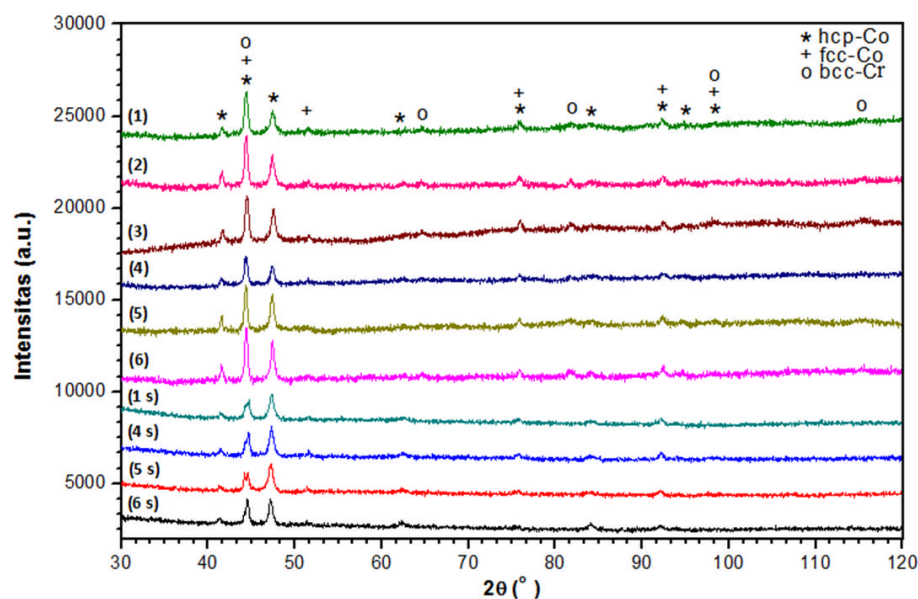
Hasil pengamatan terhadap serbuk Co-Cr menggunakan XRD tertera pada Gambar 2. Dari Gambar 2 terlihat bahwa semakin bertambahnya waktu ultrasonikasi intensitas puncak Cr semakin berkurang, sedangkan puncak-puncak Co tidak mengalami banyak perubahan sesuai dengan penelitian sebelumnya [11,12]. Fasa FCC memiliki intensitas yang lebih rendah dibandingkan fasa HCP, semakin bertambahnya waktu ultrasonikasi puncak FCC meluruh meskipun perubahannya tidak signifikan. Perubahan fasa mulai terlihat setelah dilakukan ultrasonikasi selama 48 jam, puncak FCC pada posisi 2θ sebesar $51,46^\circ$ dan puncak BCC-Cr pada posisi 2θ sebesar $115,66^\circ$ hilang. Dengan demikian bahwa fasa FCC mulai bertransformasi menjadi fasa HCP, dan partikel Cr mulai masuk ke dalam matriks Co.

Gambar 2 menunjukkan pola difraksi serbuk Co-Cr dari variasi waktu ultrasonikasi: (1) 0 jam, (2) 3 jam, (3) 6 jam, (4) 12 jam, (5) 24 jam, (6) 48 jam; dan padatan CoCr: (1 s) sinter sampel 1, (4 s) sampel 4, (5 s) sampel 5 dan (6 s) sampel 6.

Dari penelitian sebelumnya [13], dilaporkan bahwa pola difraksi dari Paduan Co-20 Cr, tidak

menunjukkan fasa Co-Cr dengan jelas tapi yang tampak dominan adalah fasa Co, hal ini disebabkan Cr dengan struktur BCC larut pada Co dengan struktur HCP. Pola difraksi ini sesuai dengan hasil pengamatan pada penelitian ini, fasa Co-Cr hasil sintesis dengan metoda ultrasonic terindikasi terbentuk paduan Co-Cr, baik dari serbuk (SEM-EDS, pola difraksi) maupun dari padatan setelah disintering 1300°C .

Tabel 2 memperlihatkan nilai ukuran kristal terhadap waktu ultrasonikasi pada Co-Cr, setelah sintering. Dari Tabel 2 diperoleh bahwa semakin lama waktu ultrasonikasi semakin kecil ukuran kristal yang terbentuk sesuai dengan pengamatan peneliti sebelumnya [7], sementara semakin besar nilai persentase tegangan-mikro. Sama halnya dengan serbuk Co-Cr, Hal ini disebabkan karena dengan semakin mengecilnya ukuran partikel seiring bertambahnya waktu ultrasonikasi maka tegangan antar partikel menjadi besar. Fasa yang dominan pada sampel padatan Co-Cr merupakan fasa HCP, terlihat dari intensitas difraksi sinar-X yang lebih tinggi dan secara umum setelah perlakuan ukuran kristal HCP lebih besar dibanding BCC.



Gambar 2. Pola difraksi serbuk Co-Cr dari variasi waktu ultrasonikasi: (1) 0 jam, (2) 3 jam, (3) 6 jam, (4) 12 jam, (5) 24 jam, (6) 48 jam; dan padatan CoCr: (1 s) sinter sampel 1, (4 s) sampel 4, (5 s) sampel 5 dan (6 s) sampel 6.

Tabel 2. Data ukuran kristal padatan Co-Cr terhadap waktu ultrasonikasi

Sampel	Struktur fasa	No. sampel	Waktu (jam)	Tegangan-Mikro (%)	Ukuran kristal (nm)
Padatan	HCP-Co	1S	0	0.307	35.907
		4S	12	0.370	24.690
		5S	24	0.438	22.659
		6S	48	0.428	22.211
Padatan	FCC-Co	1S	0	0.298	34.984
		4S	12	0.313	29.197
		5S	24	0.355	23.211
		6S	48	0.352	22.850

Hasil analisis *refinement* dengan menggunakan program *Material Analysis Using Diffraction (MAUD)* [10] diperoleh data seperti pada Tabel 3.

Table 3. Data kualitas *refinement* pola difraksi Co-Cr terhadap waktu ultrasonikasi.

Sampel	No. sampel	Waktu (jam)	GOF*
Serbuk	1	0	1,573
	2	3	1,631
	3	6	1,846
	4	12	1,425
	5	24	1,777
	6	48	1,577
Padatan	1s	0	1,852
	4s	12	1,918
	5s	24	1,896
	6s	48	1,764

**Goodness of Fit (GOF)*: kualitas *refinement* program *Material Analysis Using Diffraction (MAUD)*

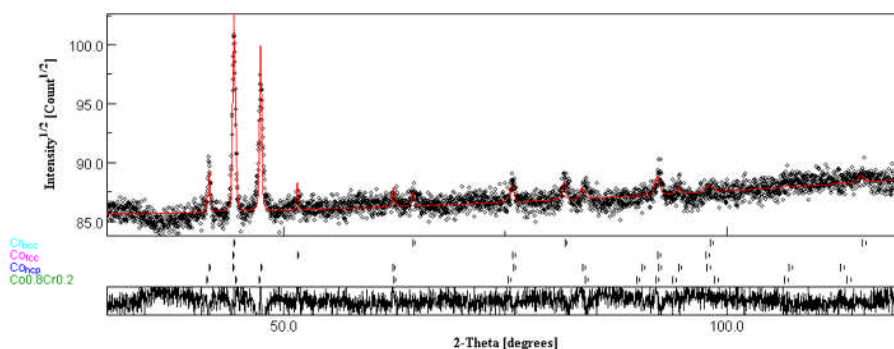
Dari hasil *refinement* (Gambar 4), diperoleh bahwa paduan Co-Cr (dengan referensi COD 15424164, Co_{0,8}Cr_{0,2}) adalah sebesar 25,2124 % berat. Hasil ini mempertegas indikasi awal paduan Co-Cr hasil EDS pada Gambar 1. Paduan Co-Cr terbentuk akibat perlakuan ultrasonik disebabkan tekanan, kavitasi dan ledakan kavitasi selama proses sonikasi, sebagaimana hasil penelitian sebelumnya [7].

Dari hasil *refinement* (Gambar 5), diperoleh bahwa paduan Co-Cr yang diperoleh sebesar 15,33416 % berat.

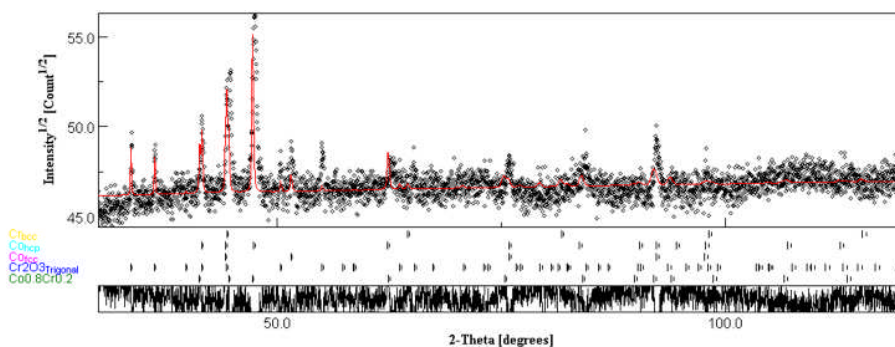
Komposisi Fasa Co-Cr berkurang hasil ultrasonik berkurang pada proses pembentukan, hal ini disebabkan sebagian Cr teroksidasi menjadi Cr₂O₃. Dilain pihak, setelah proses *sintering* pada 1300 °C terjadi peningkatan intensitas difraksi secara signifikan. Posisi peningkatan Intensitas puncak difraksi pada posisi 2θ = 47,35° merupakan puncak dengan intensitas tertinggi. Adapun posisi puncak ini merupakan milik Co-HCP dan paduan Co_{0,8}Cr_{0,2} HCP. hasil ini semakin mempertegas bahwa paduan Co-Cr terbentuk.

Hasil *refinement* program MAUD [10] ditampilkan pada Gambar 4 dan Gambar 5 didapatkan data parameter kisi terhadap variasi waktu ultrasonikasi dari ketiga fasa yang terbentuk seperti tertera pada Tabel 4. Dari Tabel 4 diperoleh bahwa parameter kisi tidak mengalami perubahan yang berarti seiring bertambahnya waktu ultrasonik memperlihatkan kestabilan parameter kisi terhadap variasi waktu ultrasonikasi pada sampel serbuk dan padatan (Gambar 6 dan Gambar 7). Data parameter kisi menunjukkan bahwa perlakuan ultrasonik dan *sintering* tidak mempengaruhi nilai parameter kisi. Padatan paduan Co-Cr yang telah diultrasonikasi selama 48 jam memiliki fasa tunggal yaitu HCP.

Sampel yang telah disinter (padatan), dilakukan uji kekerasan. Nilai kekerasan semakin meningkat seiring bertambahnya waktu ultrasonikasi yaitu dari 96,068 ± 3,199 *Hardness Vicker Number (HVN)* menjadi 129,686 ± 18,370 *HVN* setelah dilakukan



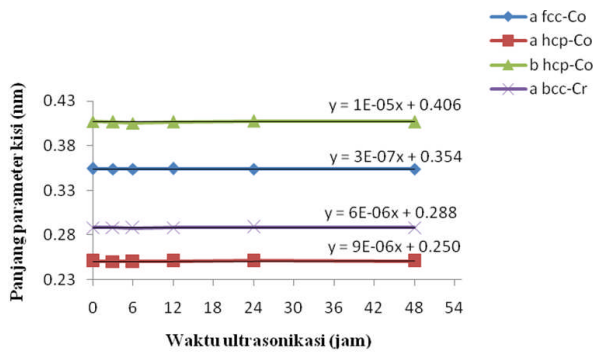
Gambar 4. Rietveld refinement dalam program MAUD dari pola difraksi XRD serbuk Co-Cr pada waktu ultrasonikasi 48 jam.



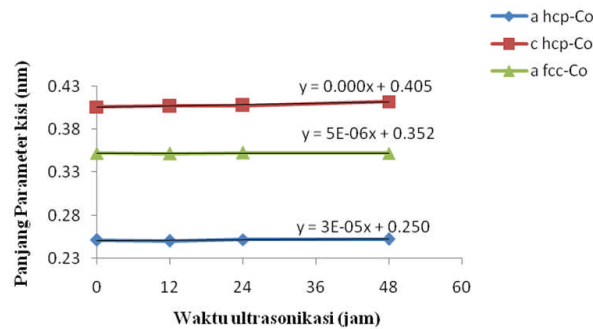
Gambar 5. Rietveld refinement dalam program MAUD dari pola difraksi XRD bulk Co-Cr waktu ultrasonikasi 48 jam

Table 3. Nilai parameter kisi referensi dan hasil refinement pada sampel 1 dan sampel 6.

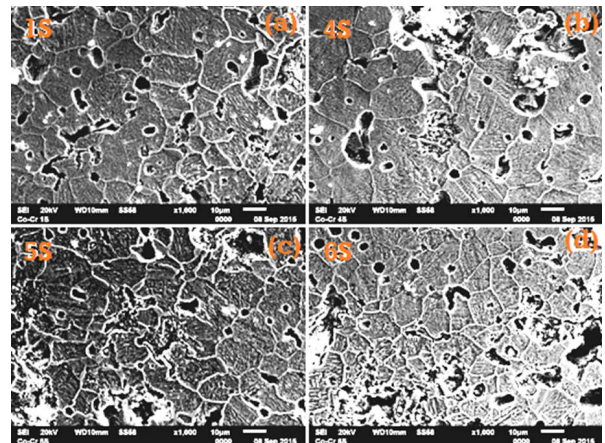
Sampel	Struktur fasa	No. ID	COD	Sampel 1		Sampel 6		
				a (nm)	c (nm)	a (nm)	c (nm)	
Serbuk	HCP-Co	9012950	0,25054	0,40893	0,25070	0,40725	0,25074	0,40699
	FCC-Co	9012949	0,35441		0,35418		0,35411	
	BCC-Cr	9008531	0,28839		0,28823		0,28827	
Padatan	HCP-Co	9012950	0,25054	0,40893	0,25130	0,40657	0,25230	0,41223
	FCC-Co	9012949	0,35441		0,35227		0,35232	



Gambar 6. Perubahan parameter kisi terhadap waktu ultrasonikasi dari serbuk Co-Cr



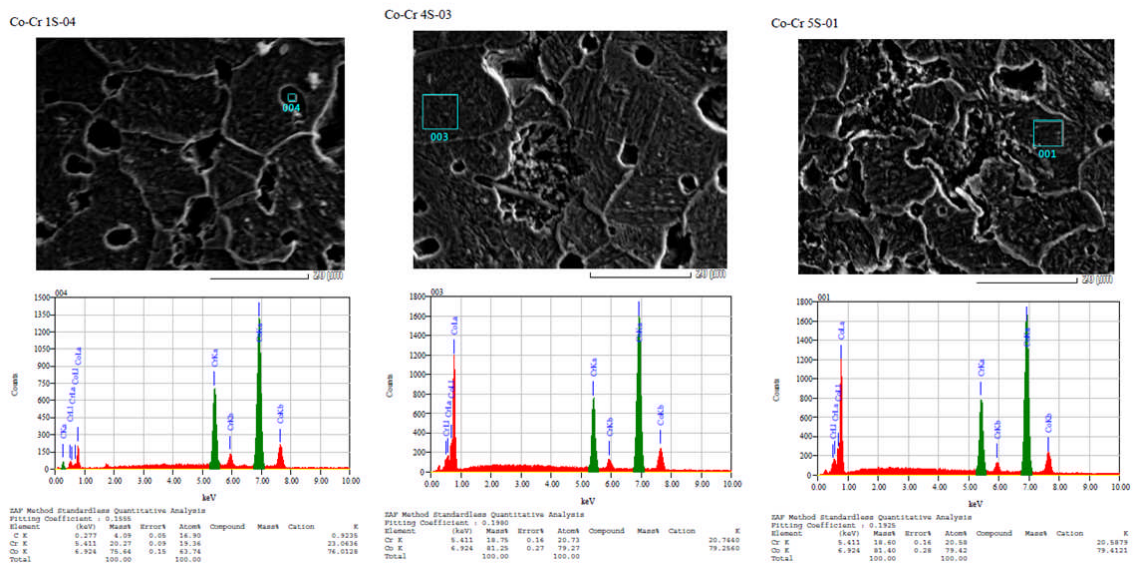
Gambar 7. Perubahan parameter kisi terhadap waktu ultrasonikasi dari padatan Co-Cr



Gambar 8. Strukturmikro padatan Co-Cr setelah sintering 1300 °C, (a). 1S, (b). 4S, (c). 5S dan (d). 6S.

ultrasonikasi selama 24 jam. Namun pada sampel 6S nilai kekerasannya menurun yaitu $110,049 \pm 0,596 HVN$ (lihat Tabel 4). pada sampel 4S disetiap titik didapatkan nilai kekerasan yang tidak jauh berbeda satu sama lain, hal tersebut menunjukkan bahwa sampel 4S lebih homogen. Nilai kekerasannya menurun, diduga karena antar partikel mulai berpadu sehingga partikelnya membesar ketika disinter.

Gambar 8 merupakan morfologi strukturmikro Co-Cr hasil sintering, menggunakan SEM dengan



Gambar 9. Analisis SEM-EDS padatan untuk sampel (a). 1S, (b). 4S dan (c). 6S.

Tabel 4. Nilai kekerasan padatan Co-Cr dengan ultrasonikasi berbeda.

Sampel	HVN $\pm \sigma$
1S	96,068 \pm 3,199
4S	112,080 \pm 5,046
5S	129,686 \pm 18,370
6S	110,049 \pm 0,596

perbesaran 1000x. Pada Gambar 8 juga terlihat batas butir yang muncul dari hasil etsa terhadap sampel, batas butir tersebut menunjukkan bentuk partikel dari paduan. Dari keempat sampel diperoleh pola batas butir Co-Cr yang sama. Uji komposisi menggunakan SEM-EDS tertera pada Gambar 9. Dari Gambar 9 diperoleh bahwa pada matriks 1S mencakup unsur Co dan Cr dengan komposisi 20,73 %Cr dan 79,27 %Co. Demikian pula pada sampel 5S diperoleh komposisi Co dan Cr pada matriks yaitu 20,58 %Cr dan 79,42 %Co. Hal ini menunjukkan bahwa setelah proses sintering diperoleh komposisi Co-Cr diharapkan yaitu sekitar 20 %Cr dan 80 %Co.

KESIMPULAN

Ultrasonikasi selama 48 jam dengan frekuensi 20 kHz pada amplitudo 40% mengakibatkan partikel partikel Co maupun Cr mengecil dari 20 μ m hingga 60 μ m menjadi 8 μ m. dan terjadi transformasi struktur setelah ultrasonikasi fasa FCC mulai bertransformasi menjadi fase HCP. Perlakuan ultrasonik selama 48 jam menghasilkan pembentukan paduan Co-Cr dengan persentasi berat sebesar 25,2124. Fasa Co-Cr padat hasil sintering adalah HCP, dengan nilai $a = b = 0,25230$ nm dan $c = 0,41223$ nm, dan FCC-Co $a = b = c = 0,35232$ nm. Setelah proses sintering pada serbuk Co-Cr yang diultrasonikasi 48 jam diperoleh komposisi Co-Cr paling mendekati dengan komposisi yang diharapkan sesuai komposisi awal yaitu dengan komposisi 20,58 %massa Cr dan 79,42 %massa Co. Paduan Co-Cr yang terbentuk setelah sintering pada 1300 °C adalah sebesar 15,33416 %berat.

UCAPAN TERIMAKASIH

Penulis mengucapkan terimakasih kepada Bapak Tri Hardi untuk penggunaan software MAUD, Bapak Bambang Sugeng untuk Karakterisasi XRD, Bapak Rohmad Salam untuk proses sintering, Bapak Agus Sujatno untuk karakterisasi sampel menggunakan SEM.

DAFTAR ACUAN

[1]. Z. Guo, X. Pang, Y. Yan, K. Gao, A. A. Volinsky and T.Y. Zhang. "CoCrMo Alloy for Orthopedic Implant Application Enhanced Corrosion and Tribocorrosion Properties by Nitrogen Ion Implantation." *Applied Surface Science*. vol. 347, pp. 23-34, 2015.

[2]. S.G. Sukaryo, A. Purnama and H. Hermawan. "Structure and Properties of Biomaterials." in. *Biomaterials and Medical Devices*. Switzerland: Springer International Publishing.

[3]. O. Sahin, S. Uzunoglu and E. Sahin. "Mechanical Characterization of CoCrMo Alloys Consisting of Different Palladium Ratios Produced by Investment Casting Method." *Acta Physica Polonica A*, vol. 128, 2015.

[4]. S.G. Sukaryo, B. Bandriyana and B. Siswanto. "Sputtering of Titanium in Co-Cr-Mo Alloys for orthopaedic Implant materials." *Advanced Materials Research*, vol. 1123, pp. 201-204, 2015.

[5]. W. J. Sames, F. A. List, S. Pannala, R. R. Dehoff and S. S. Babu. "The Metallurgy and Processing Science of Metal Additive Manufacturing." *International Materials Reviews*, vol. 61, Issue 5, 2016.

[6]. Insani A, Suwarno H, Wahyuadi J, Adi WA, Siradj ES. "Studi Difraksi Sinar-X Pada Paduan Mg-Co-Ni yang Dibuat dengan Metode Pemaduan Mekanik. Mechanical Alloying." *Indonesian Journal of Material Science*. pp. 35-39, 2006.

[7]. M. Silalahi, A. Dimiyati, S. Harjanto, P. Untoro and B. Suharno. Microalloying of Fe-Cr By Using Ultrasonic Irradiation. *International Journal of Technology*, vol. 5, no. 2, pp.169-182, 2014.

[8]. N. Q. Tuan, H. Puga, J. Barbosa, and A. M. P. Pinto. "Grain Refinement of Al-Mg-Sc Alloy by Ultrasonic Treatment." *Met. Mater. Int.*, vol. 21, no. 1, pp. 72-78, 2015.

[9]. Y. S. Yang, J. C. Wang, T. Wang, C. M. Liu and Z.M. Zhang. Effect of Ultrasonic Treatment on Microstructures of AZ91 Alloy. *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*. vol. 24, Issue 1, pp. 76-81, 2014.

[10]. Computational Thermodynamics. 2011. Cobalt-Chromium (Co-Cr) Phase Diagram. Calculation of Phase Diagrams using CALPHAD Method [internet]. [diunduh 19 Februari 2015].

[11]. E. Dobruchowska, M. Paziewska, K. Przybyl, K. Reszka. "Structure and Corrosion Resistance of Co-Cr-Mo Alloy Used in Birmingham Hip Resurfacing system." *Acta of Bioengineering and Biomechanics*, vol. 19, no. 2, 2017.

[12]. S.G.Sukaryo, B. Bandriyana dan Pius Sebleku. "Pengaruh Penambahan Molibdenum Terhadap Morfologi Struktur Mikro, Sifat Mekanik dan Ketahanan Korosi paduan Zr-Nb untuk Material Implan." *J. Metalurgi*, vol. 29, no.1, 2014.

[13]. A.L.R. Ledesma, H.F. Lopez and J.A.J. Islas. "Evaluation of Chill Cast Co-Cr Alloys for Biomedical Applications." *Metals*, vol. 6, no. 8, pp. 188, 2016.