

## PENGARUH SINTERING TERHADAP SIFAT MAGNETIK BAHAN KOMPOSIT Co-Al<sub>x</sub>O<sub>y</sub>

Sri Mulyaningsih<sup>1</sup>, Setyo Purwanto<sup>2</sup>, Wisnu Ari Adi<sup>2</sup> dan Azwar Manaf<sup>3</sup>

<sup>1</sup>Pusat Penelitian Metalurgi (P2M)-LIPI

Kawasan Puspiptek, Serpong 15314, Tangerang

<sup>2</sup>Pusat Teknologi Bahan Industri Nuklir (PTBIN)-BATAN

Kawasan Puspiptek, Serpong 15314, Tangerang

<sup>3</sup>Program Study Materials Science-UI

Jl. Salemba Raya No. 4, Jakarta 10430

### ABSTRAK

**PENGARUH SINTERING TERHADAP SIFAT MAGNETIK BAHAN KOMPOSIT Co-Al<sub>x</sub>O<sub>y</sub>.** Penelitian dilakukan dengan menghaluskan campuran serbuk kobal (Co) dan aluminium (Al) menggunakan *High Energy Milling (HEM)* dengan perbandingan Co<sub>73</sub>Al<sub>27</sub> wt%, kemudian dipres dan dilanjutkan dengan proses *sintering*. Waktu *milling* divariasikan antara 4,5 jam, 12 jam dan 20 jam sedangkan proses *sintering* pada suhu 384 °C dan 484 °C. Setelah proses *sinter* ditemukan beberapa puncak-puncak baru yang diidentifikasi sebagai Co-Al<sub>2</sub>O<sub>4</sub>. Hasil pengukuran *VSM* menunjukkan proses *milling* dan *sinter* mengakibatkan nilai saturasi Ms menurun pada semua sampel. Sedang nilai koersivitas Hc untuk sampel hasil *milling* nilai tertinggi 367 Oe dicapai pada sampel 4,5 jam *milling*, sedang untuk 12 jam dan 20 jam adalah 275 Oe dan 317 Oe. Untuk sampel yang *disinter* nilai koersivitas cenderung naik yaitu pada sampel 12 jam *milling* dan *sinter* 384 °C dan 484 °C adalah 275 Oe, 285 Oe dan 305 Oe, dan untuk 20 jam *milling* 317 Oe, 345 Oe dan 345 Oe.

**Kata kunci** : Sintering, Komposit, High energy milling, Saturasi, Koersivitas

### ABSTRACT

**SINTERING EFFECT THE MAGNETIC PROPERTIES OF COMPOSITE Co-Al<sub>x</sub>O<sub>y</sub> MATERIALS.** The experiment was carried out by high energy milling (HEM) to refine powder, and the sample composition was Co<sub>73</sub>Al<sub>27</sub> wt%. The milling time was varied within 4.5, 12 and 20 hours, while sintering process was conducted at 384 °C and 484 °C. Several new peaks were found after sintering process and identified as a Co-Al<sub>2</sub>O<sub>4</sub> compound. The experiment data shows value of saturation magnetization Ms reduce by milling and sintering. On the other hand, the value of coercivity Mr for the sample 12h milling and sintering within 384 and 484 °C was 275, 285 and 305 (Oe) and 20h milling was 317, 345 and 345 (Oe).

**Key words** : Sintering, Composite, High energy milling, Saturation, Coercivity

### PENDAHULUAN

Makalah ini mengulas tentang studi awal bahan komposit yang akan digunakan sebagai bahan magnetoresistansi sistem *granular alloy* berbasis Co-Al. Sistem magnetoresistansi *granular alloy* dapat terjadi apabila sistem tersebut terdiri dari granular-granular yang sangat halus dengan ukuran partikel berskala nano. Dimana granular yang bersifat magnetik dikelilingi oleh granular non magnetik atau dapat juga bahan bersifat magnetik.

Komposit Co-Al dirancang untuk mendapatkan sistem *granular alloy* Co yang dikelilingi oleh matriks yang berbentuk oksida Al. Untuk itu, campuran serbuk Co-Al dari proses *milling* kemudian dipres dan dilanjutkan dengan proses *sinter* sehingga diharapkan Al akan teroksidasi sehingga terbentuk Al oksida.

Aluminium (Al) yang non magnetik dan merupakan bagian dari komposit tersebut akan berpengaruh terhadap sifat kemagnetan dari bahan komposit tersebut.

Dimana aluminium merupakan bahan yang mudah teroksidasi dan proses *sinter* dapat mengubah fasa aluminium didalam komposit tersebut sehingga hal ini juga akan berpengaruh terhadap sifat magnetiknya.

### METODE PERCOBAAN

Bahan dasar yang digunakan dalam penelitian ini adalah serbuk kobal (Co) dengan ukuran partikel 3 µm dari Merck dan serbuk aluminium (Al) dengan ukuran partikel 350 mesh. Kedua bahan tersebut dicampur

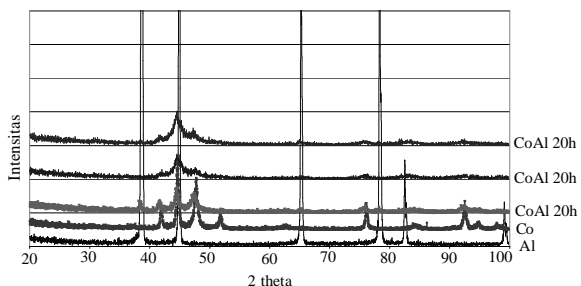
dicampur dengan perbandingan  $\text{Co}_{73}\text{Al}_{27}$  wt% kemudian dilakukan proses *milling* untuk menghaluskan serbuk.

Bahan magnetoresistansi sistem *granular alloy* memerlukan ukuran kristalit yang besarnya hanya beberapa nanometer sehingga komposit yang akan digunakan sebagai bahan magnetoresistansi 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 magnetoresistansi terbaik pada sistem *granular alloy*  $\text{Co-Al}_x\text{O}_y$  *thin films* yang telah dilakukan oleh peneliti sebelumnya [1].

Serbuk hasil *milling* kemudian dibentuk pelet dengan cara dicetak dan dipress dengan tekanan 7000 psi, diteruskan dengan proses *sinter* setelah sebelumnya dilakukan pengukuran menggunakan *Differential Scanning Calorimetry (DSC)* untuk menentukan suhu *sinter*. Proses *sintering* dimaksudkan supaya memberikan kesempatan kepada oksigen ( $\text{O}_2$ ) untuk berdifusi dan berikatan dengan aluminium sehingga terbentuk oksida aluminium.

## HASIL DAN PEMBAHASAN

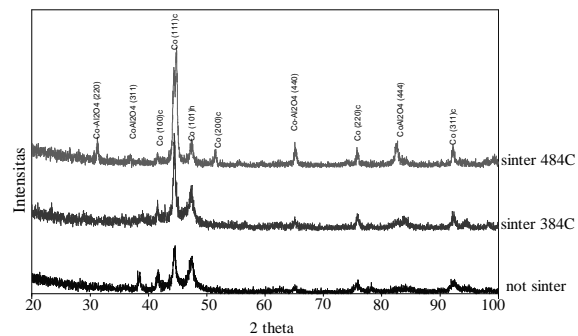
Pengukuran difraksi sinar-X dilakukan terhadap sampel pada suhu ruang dengan sudut  $2\theta$  antara  $20^\circ$  sampai dengan  $100^\circ$ . Pola difraksi menunjukkan terdapat perubahan yang signifikan terutama pada sampel hasil *milling* 12 jam dan 20 jam, yaitu tidak saja terdapat sejumlah puncak yang menghilang, tetapi juga intensitas yang rendah dan puncak difraksi yang melebar. Hal ini menunjukkan bahwa partikel sudah menjadi sangat halus. 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.



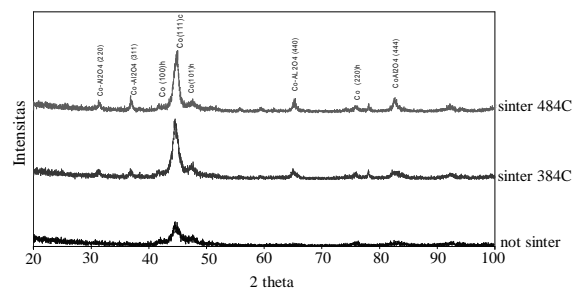
Gambar 1. Pola difraksi sinar-X serbuk Al, Co, Co-Al *milling* 4,5 jam, Co-Al *milling* 12 jam dan Co-Al *milling* 20 jam.

Sedangkan pola difraksi sinar-X dari pelet Co-Al yang disinter pada suhu  $384^\circ\text{C}$  dan  $484^\circ\text{C}$  menunjukkan

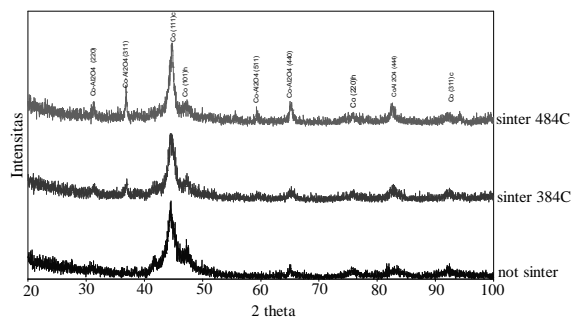
terjadi penumbuhan kembali puncak-puncak yang hampir menghilang akibat proses *milling* dan juga terjadi penumbuhan puncak baru pada sudut 31 dan 36 yang diidentifikasi menggunakan *data base* dari JCPDS-ICDD sebagai  $\text{CoAl}_2\text{O}_4$ . Dimana  $\text{CoAl}_2\text{O}_4$  merupakan komposit yang bersifat *colinear antiferro* yang termasuk ke dalam bahan magnetik lemah (*soft magnetic*) [2]. Untuk sampel hasil *milling* 20 jam pertumbuhan puncak baru  $\text{CoAl}_2\text{O}_4$  juga terjadi pada sudut 59. Pola difraksi sinar-X pelet Co-Al setelah disinter dapat dilihat pada Gambar 2, Gambar 3 dan Gambar 4.



Gambar 2. Pola difraksi sinar-X pada CoAl *milling* 4,5 jam pasca sinter dan tidak disinter



Gambar 3. Pola difraksi sinar-X pada CoAl *milling* 12 jam pasca sinter dan tidak disinter



Gambar 4. Pola difraksi sinar-X pada CoAl *milling* 20 jam pasca sinter dan tidak disinter

Sistem magnetoresistansi *granular alloy* terdiri dari *granular-granular* yang sangat halus berukuran beberapa nano, sehingga pada komposit dirancang *granular* yang berskala nanometer. Pengukuran dilakukan terhadap ukuran kristalit terhadap serbuk Co-Al hasil *milling* dan pelet yang sudah disinter, perhitungan dilakukan secara kualitatif dengan menggunakan rumus yang berikan oleh *Scherer* terhadap puncak [111] [3]:

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

Dimana  $B(2\theta)$  adalah *Full Width Half Maximum (FWHM)*,  $\lambda$  adalah panjang gelombang Cu dan  $L$  adalah dimensi ukuran kristal. Hasil perhitungan ukuran kristalit dari sampel serbuk hasil *milling* 4,5 jam, 12 jam dan 20 jam serta pelet setelah proses *sinter* dapat dilihat pada Tabel 1.

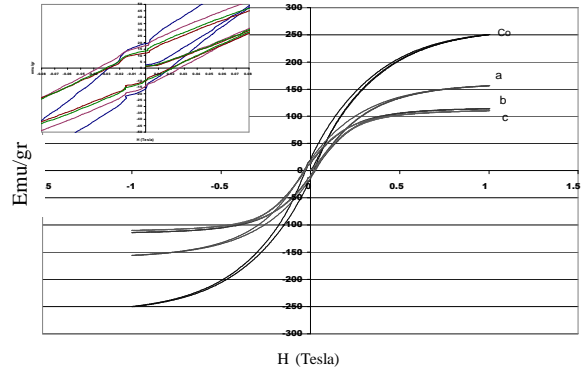
Tabel 1. Hasil perhitungan ukuran kristalit secara kuantitatif

Suhu <i>sinter</i>	Ukuran kristalit		
	4,5 jam (Å)	12 jam (Å)	20 jam (Å)
Tidak disinter	103.0468	71.53604	18.57575
384°C	154.6334	79.48449	19.39713
484°C	198.7812	93.44873	49.0964

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 serbuk Co sebelum dihaluskan dan sampel campuran serbuk Co-Al setelah proses *milling*. Pola yang terjadi dapat dilihat pada kurva histeresis Gambar 5 dan distribusi nilai magnetisasi jenuh ( $M_s$ ), magnetisasi sisa ( $M_r$ ) dan koersivitas ( $H_c$ ) pada Tabel 2 dan Gambar 6.

Dari data hasil pengukuran *VSM* menunjukkan nilai saturasi ( $M_s$ ) semakin menurun seiring bertambah waktu proses *milling*. Hal ini disebabkan oleh pengaruh penurunan ukuran partikel granular Al maupun Co. Dimana semakin lama proses *milling* akan menyebabkan ukuran granular Al semakin mengecil dan jumlahnya bertambah banyak sehingga semakin banyak granular Al yang menghalangi interaksi antar granular Co. Dilain pihak, granular Co juga ukurannya semakin mengecil dan jumlahnya juga bertambah banyak, sehingga nilai saturasinya semakin menurun.

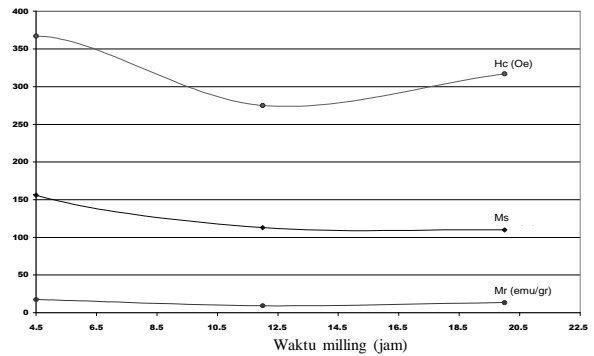
Nilai koersivitas ( $H_c$ ) suatu material dipengaruhi oleh ukuran partikel penyusun material tersebut, semakin



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

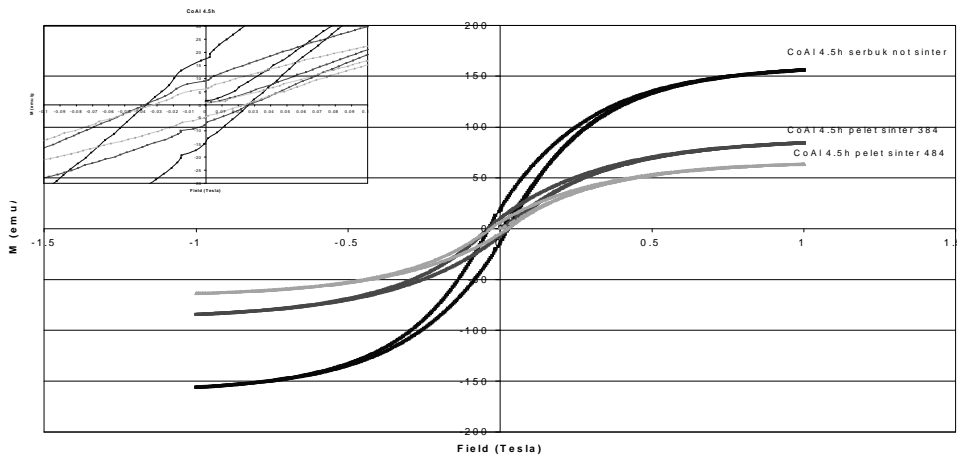
Tabel 2. Harga  $M_s$ ,  $M_r$  dan  $H_c$  sampel CoAl *milling* 4,5 jam, 12 jam dan 20 jam

Sampel	$M_s$ (emu/g)	$M_r$ (emu/g)	$H_c$ (Oe)
CoAl 4,5 jam <i>milling</i> (a)	156	17,5	367
CoAl 12 jam <i>milling</i> (b)	113	9,27	275
CoAl 20 jam <i>milling</i> (c)	110	13,5	317

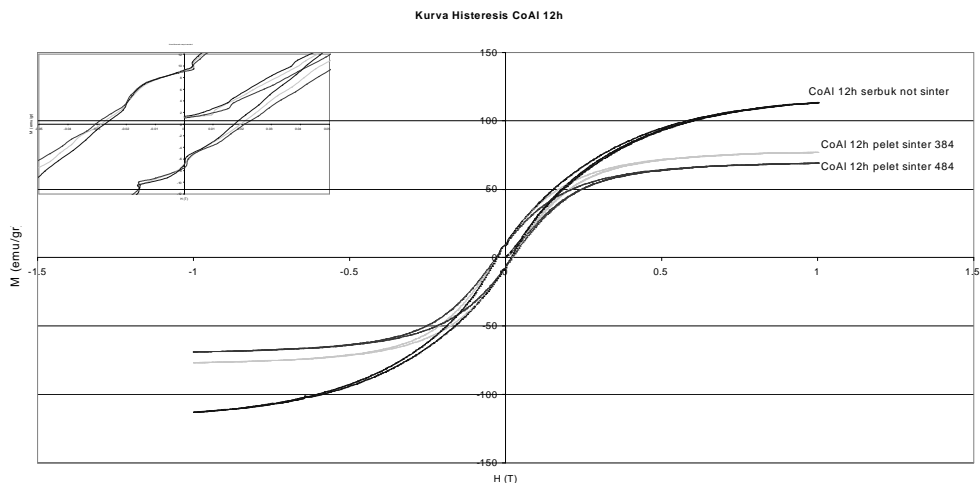


Gambar 6. Distribusi harga koersiviti ( $H_c$ ), saturasi ( $M_s$ ) dan magnetisasi sisa ( $M_r$ ) akibat proses *milling*

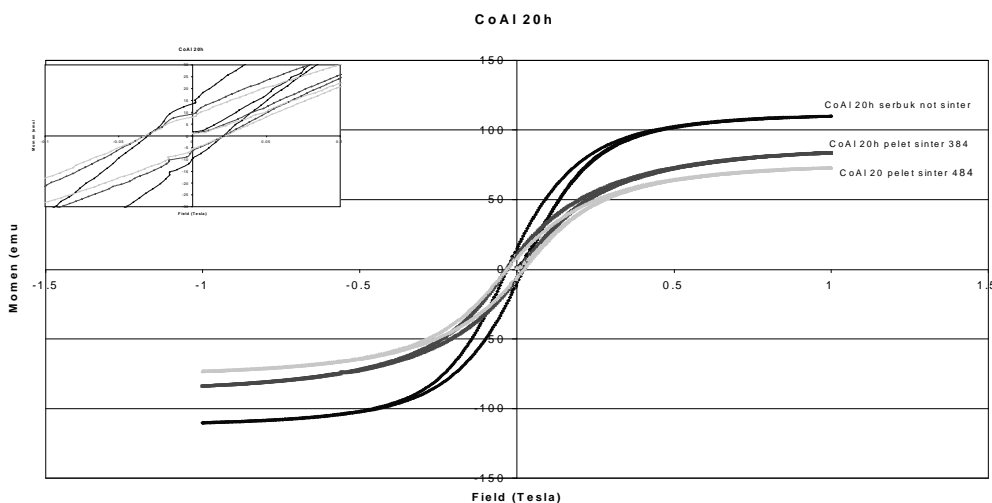
kecil ukuran partikel penyusunnya nilai koersivitas semakin naik dan mencapai maksimum pada ukuran partikel  $D_s$  dan kemudian kembali menurun.  $D_s$  adalah ukuran partikel kritis dimana, nilai  $D_s$  ini sebanding dengan  $L_s$  (energi magnetostatik pada *single domain*)



Gambar 7. Kurva histeresis CoAl *milling* 4,5 jam *sinter* pada suhu 384 °C dan 484 °C



Gambar 8. Kurva histeresis CoAl milling 12 jam sinter pada suhu 384 °C dan 484 °C



Gambar 9. Kurva histeresis CoAl milling 20 jam sinter pada suhu 384 °C dan 484 °C

yang biasanya terjadi pada partikel berukuran antara 100 Å hingga 500 Å [7]. Dari Tabel 1, dapat dilihat ukuran partikel sampel (a) 103 Å, sampel (b) 72 Å dan (c) 19Å. Sampel (a) dengan ukuran partikel 103 Å mempunyai nilai koersivitas tertinggi 367 Hc, hal ini dapat dimengerti karena ukuran partikel sampel (a) berada didalam rentang Ls. Sedangkan untuk sampel (b) dan (c), nilai koersivitas sudah mulai menurun sehingga nilai koersivitas sampel (c) lebih besar dari sampel (b).

Dari sampel dalam bentuk serbuk tadi kemudian dipress sehingga berbentuk pelet dan kemudian disinter. Sampel-sampel yang sudah disinter juga mempunyai kecenderungan penurunan nilai Ms, dan terjadi pada semua sampel (lihat Gambar 7, Gambar 8 dan Gambar 9). Analisis data pengukuran VSM dapat dilihat pada Tabel 3, Gambar 10, Gambar 11 dan Gambar 12.

Dari Tabel 3, dapat dilihat bahwa nilai Ms menurun seiring dengan kenaikan suhu sinter, hal ini terjadi pada semua sampel. Proses sinter juga mengakibatkan pertumbuhan fasa baru (lihat Gambar 2, Gambar 3 dan Gambar 4) yang diidentifikasi sebagai Co-Al<sub>2</sub>O<sub>4</sub>, Co-Al<sub>2</sub>O<sub>4</sub> ternyata mempunyai sifat *co-linear*

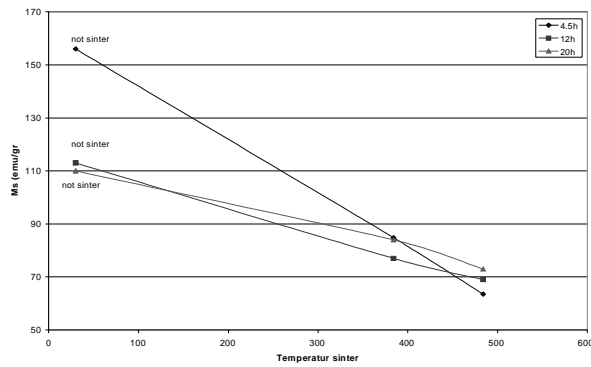
Tabel 3. Harga Ms, Mr dan Hc sampel 4.5 jam, 12 jam dan 20 jam setelah sinter

Sampel	Ms (emu/g)	Mr (emu/g)	Hc (Oe)
CoAl 4.5h milled, powder not sinter	156	17.5	367
sinter 384	84.4	9.2	376
sinter 484	63.5	6.2	330
CoAl 12h milled, powder not sinter	113	9.27	275
sinter 383	77	9.27	285
sinter 484	69	9.04	305
CoAl 20h milled, powder not sinter	110	13.5	317
sinter 384	84	9.25	345
sinter 484	73	8	345

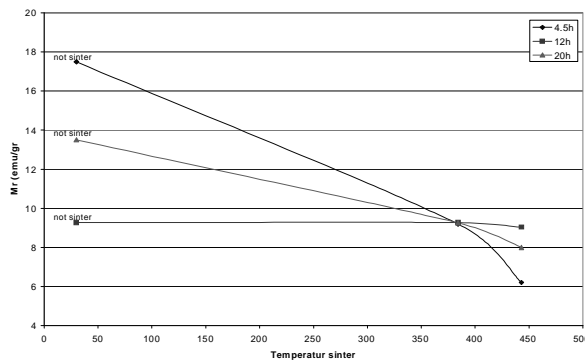
*antiferro*, dimana semakin tinggi suhu sinter pertumbuhan fasa Co-Al<sub>2</sub>O<sub>4</sub> juga semakin banyak. Hal tersebut kemungkinan turut berpengaruh terhadap nilai saturasi yang semakin menurun.

## KESIMPULAN

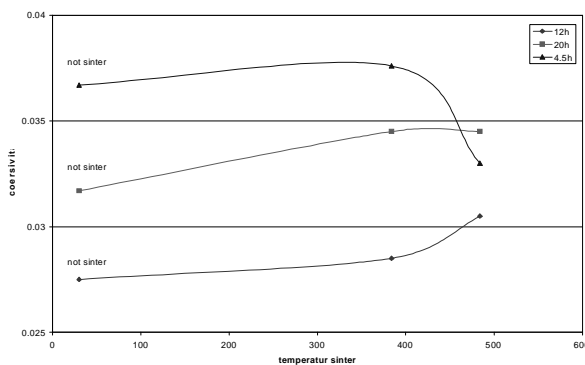
1. Proses sinter mengakibatkan pertumbuhan puncak-puncak baru yang diidentifikasi sebagai Co-Al<sub>2</sub>O<sub>4</sub>.



Gambar 10. Pengaruh suhu sinter terhadap harga Ms



Gambar 11. Pengaruh suhu sinter terhadap harga Mr



Gambar 12. Pengaruh suhu sinter terhadap harga koersivitas

2. Hasil pengukuran VSM menunjukan proses *milling* dan *sinter* mengakibatkan nilai saturasi Ms menurun pada semua sampel.
3. Nilai koersivitas Hc untuk sampel hasil *milling* nilai tertinggi 367 Oe dicapai pada sampel 4,5 jam *milling*, sedang untuk 12 jam dan 20 jam adalah 275 Oe dan 317 Oe.
4. Sampel *sinter* memberikan nilai koersivitas cenderung naik, pada sample 12 jam *milling* dan sinter 384 °C dan 484°C adalah 275 Oe, 285 Oe dan 305 Oe, dan untuk 20 jam *milling* 317 Oe, 345 Oe dan 345 Oe

## UCAPAN TERIMAKASIH

Penulis mengucapkan terimakasih kepada Dra. Mujamilah, M.Sc. yang telah banyak membantu

melakukan pengukuran menggunakan *Vibrating Sample Magnetometer (VSM)*.

## DAFTARACUAN

- [1]. S. MITANI, at. all., *Phys. Rev. Letters*, **81** (13) (1998)
- [2]. M.OHNUMA, at. all., *Nano Structure Mat.*, **12** (1999) 573 - 576.
- [3]. K. YAKUSHIJI at. all., C, *J. of Magnetism and Magnetic Mat.*, **212** (2000) 75-81
- [4]. M. OHNUMA, at. all., *J. of Applied Phys.*, **87** (2) (2000)
- [5]. ROBERT C. O'HANDLEY, *Modern Magnetic Materials, Principles and Application*, John Wiley & sons, Inc, (2000)
- [6]. B. E. Warren, X-Ray Diffraction, *Dover Publication, Inc.*, New York, (1968)
- [7]. B.D. CULLITY, *Introduction to Magnetic Materials*, Addison Wesley Pub. Co, (1972)