

## STRUKTUR DAN SIFAT TUNNELING MAGNETORESISTANCE SISTEM NANO KOMPOSIT Co-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> HASIL PROSES HEM

Setyo Purwanto<sup>1</sup>, Wisnu A. A.<sup>1</sup>, Mujamilah<sup>1</sup> dan Abdullah<sup>2</sup>

<sup>1</sup>Pusat Teknologi Bahan Industri Nuklir (PTBIN) - BATAN

Kawasan Puspiptek, Serpong 15314, Tangerang

<sup>2</sup>Program Pascasarjana Ilmu Bahan - UI

Jl. Salemba Raya No. 4, Jakarta

### ABSTRAK

**STRUKTUR DAN SIFAT TUNNELING MAGNETORESISTANCE SISTEM NANO KOMPOSIT Co-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> HASIL PROSES HEM.** Telah dilakukan penelitian pada sistem komposit Co-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> yang disiapkan dengan *High Energy Milling (HEM)* SPEX 8000 selama 1,5 jam, 4,5 jam, 12 jam dan 20 jam. Dihipotesakan bahwa sifat magnetoresistance dari bahan tergantung pada fraksi fasa Co-HCP dan fasa Co-FCC dari material tersebut. Pengamatan dengan difraksi sinar-X diketahui terjadi perubahan keberadaan fasa Co-HCP menjadi Co-FCC akibat akumulasi *stacking fault* selama proses *milling*. Dari pengukuran VSM harga saturasi magnetik bahan menunjukkan penurunan dari 116 emu/gram menjadi 107, 46,2 dan 36,1 emu/gram. Hal ini menunjukkan bahwa proses *milling* membuat keberadaan fasa Co-HCP menurun dan fasa Co-FCC meningkat masing-masing untuk cuplikan pasca *milling* 1,5jam, 4,5jam, 12 jam dan 20 jam. Sifat *Magnetoresistance* diamati dengan menggunakan peralatan *four point probe*, diketahui terjadi peningkatan harga nisbah *Magnetoresistance (MR)* dari 0,5% , 4% , 5% dan 9% masing-masing untuk cuplikan pelet Co-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> pasca *milling* 1,5jam, 4,5jam, 12jam dan 20jam. Hasil-hasil di atas terlihat konsisten dengan hasil penelitian pada sistem Co-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> film tipis. Dari hasil SEM/EDX untuk komposit Co-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> diketahui masing-masing perbandingan *Wt%* dari cobalt dan Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> adalah 23,06 : 78,18 pasca *milling* 12 jam serta 22,27 : 77,73 untuk pasca *milling* 20 jam.

**Kata kunci :** Komposit Co-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, *Tunneling Magnetoresistance* , *milling* energi tinggi (HEM)

### ABSTRACT

**STRUCTURE AND TUNNELING MAGNETORESISTANCE PROPERTIES OF Co-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> AS GROWN BY HEM PROCESS.** Study on structure and Tunneling Magnetoresistance (TMR) properties of Co-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> material as prepared by using High Energy Milling (HEM) SPEX 8000 for 1.5 , 4.5 ,12 and 20 hours have been done. It is assumed that magnetoresistance characteristic of the material depends on Co-HCP and Co-FCC fraction. From X ray diffraction pattern has shown the evolution structure from Co-HCP to Co-FCC due to the accumulation of stacking fault. Tunneling magnetoresistance properties has been measured by using four point probe device, the value of magnetoresistance are 0.5%, 4%, 5% and 9% for pellet Co-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> after 1.5 , 4.5 , 12 and 20 hours milling process respectively. It is confirmed that from magnetic saturation value of the material measured by VSM shows a decline from 116 to 107 ,46.2 and 36.1 emu/gram for the sample after milling for 1.5 , 4.5 , 12 and 20 hours milling process. This shows that milling process makes HCP Co phase decreases and FCC Co increases. The statement above defines that there is a consistency with the research result on thin film Co-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> system develop by sputtering technique.

**Key words :** Composite Co-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, tunneling magnetoresistance, high energy milling (HEM)

### PENDAHULUAN

Komposit Co-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> diketahui dalam bentuk film tipis memiliki sifat magnetoresistance maksimum 12% pada suhu kamar dan 20% pada suhu helium cair dimana diketahui fasa Co-FCC dominan dibandingkan fasa Co-HCP [1]. Kemudian berturut-turut diketahui harga *Magnetoresistance (MR)* untuk komposisi granular film Co<sub>36</sub>Al<sub>22</sub>O<sub>42</sub>(12%), Co<sub>46</sub>Al<sub>19</sub>O<sub>35</sub> (9%), Co<sub>52</sub>Al<sub>20</sub>O<sub>28</sub> (8%) dan Co<sub>54</sub>Al<sub>21</sub>O<sub>25</sub> (6%) pada suhu kamar. Fenomena

*Tunneling Magnetoresistance (TMR)* pada komposit ini terjadi diantara *granular* cobalt yang memiliki nilai maksimum pada komposisi Co<sub>36</sub>Al<sub>22</sub>O<sub>42</sub>(10,6%) pada suhu kamar [2]. Diketahui bahwa bahan Co memiliki sifat alotropik memiliki dua fasa yakni fasa Co-HCP dan Co-FCC dimana fasa Co-HCP lebih stabil pada suhu rendah sampai suhu ruang sedangkan fasa Co-FCC lebih stabil pada suhu tinggi [3]. Diketahui pula, pada

Co akibat proses *milling* dapat mengakibatkan transformasi fasa HCP-FCC [4,5].

Pada penelitian ini dilakukan sintesis dan karakterisasi komposit Co-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> dengan proses *High Energy Milling (HEM)* dengan variasi waktu *milling* untuk mengetahui keberadaan fraksi fasa HCP dan FCC di dalam bahan Cobalt dan pengaruhnya terhadap struktur, sifat magnetik dan *magnetoresistance* di dalam komposit tersebut. Diharapkan dengan variasi waktu *milling* akan diperoleh komposit dengan perbandingan fraksi Co-HCP dan Co-FCC yang optimal sehingga dapat diperoleh sifat magnetik dan *magnetoresistance* yang terbaik.

## METODE PERCOBAAN

Bubuk Co dengan ukuran ± 1 mikron (kemurnian, 99,8%; Aldrich) mula-mula diamati dengan *X-Ray Diffraction (XRD)*. Selanjutnya cobalt (Co) murni dicampur dengan alumina (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) dengan ukuran ± 10 mikron (kemurnian 99,99% 10 mesh) dengan massa keseluruhan ±10,8029 gram, dimana massa cobalt m = 2,6432 gram dan alumina (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) masa = 8,1597 gram dengan komposisi mendekati Co-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (36:64) dilakukan proses *High Energy Milling (HEM)* 8000 M dimilling selama 1,5jam, 4,5jam, 1,5 jam, 4,5 jam, 12 jam dan 20 jam. Proses *Energy Milling (HEM)* dilakukan dengan menggunakan *Vial* dari bahan *Stainless Steel* dengan volume (V= 65 mL) dengan lima bola massa rata-rata m = 6,9181 g).

Komposit Co-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (36:64) dipeletisasi pada tekanan hingga 48,262 Mpa (7000 psi) baik untuk variasi waktu *milling* 1,5jam, 4,5jam, 1,5 jam, 4,5 jam, 12 jam dan 20 jam. Untuk mengetahui struktur kristal dari komposit

Co-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (36:64) dilakukan pengamatan dengan *X-Ray Diffraction* dengan radiasi CuK $\alpha$ . Selanjutnya untuk mengetahui komposisi dan sebaran Cobalt dan Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> pada komposit Co-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (36:64) dilakukan pengamatan dengan *Scanning Electron Microscop SEM/EDX*.

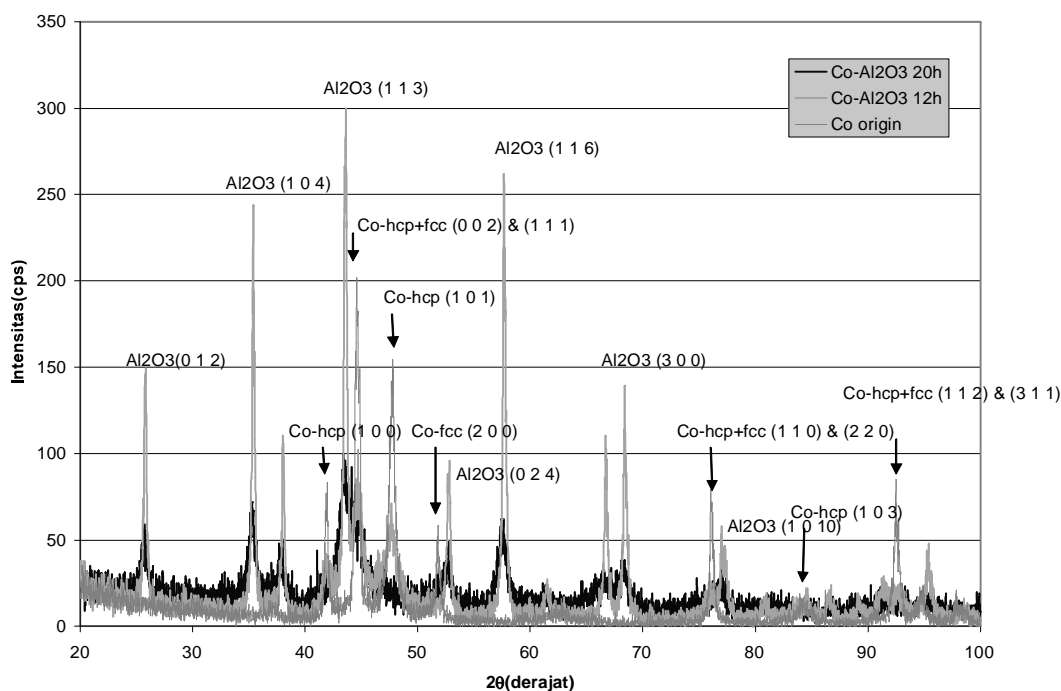
Untuk mengetahui sifat kemagnetan dari komposit Co-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (36:64) dilakukan pengamatan dengan *Vibration Sample Magnetometer (VSM)* dan *Magnetoresistance (MR Curve)*.

## HASIL DAN PEMBAHASAN

### Pengukuran Fasa dan Morfologi Komposit

Pola difraksi sinar-X dari partikel Co murni sebelum proses *milling* dan pola difraksi sinar-X dari komposit Co-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (36:64) setelah dilakukan proses *High Energy Milling (HEM)* selama 1,5 jam, 4,5 jam, 12 jam dan 20 jam ditunjukkan dalam Gambar 1a dan Gambar 1b pola hasil *GSAS*. Hasil difraksi sinar-X dari Cobalt murni setelah dilakukan *GSAS* diketahui bahwa Cobalt terdiri dari dua fasa yaitu fasa Co-HCP dan fasa Co-FCC dengan fraksi Co-HCP sebesar 88,886% dan fraksi Co-FCC sebesar 11,114%.

Dari hasil difraksi sinar-X pada Cobalt murni diperoleh profil puncak Co-HCP dan Co-FCC terlihat tajam untuk (002)<sub>H</sub> dan (111)<sub>C</sub>. Setelah dilakukan proses *milling* selama 12 jam pada cuplikan Co-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (36:64) diketahui profil puncak Co-HCP dan Co-FCC intensitas dari (002)<sub>H</sub> dan (111)<sub>C</sub> makin berkurang masing-masing 49,50% dan 53,90% untuk (101)<sub>H</sub>. Setelah proses *milling* sampai 20 jam profil puncak Co-FCC semakin melebar dibandingkan profil puncak Co-HCP. Hal ini menunjukkan bahwa kemungkinan terjadi transformasi fasa dari

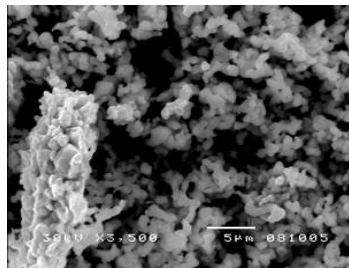


Gambar 1. Pola difraksi sinar-X bahan Co murni, Co-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> pasca *HEM* 12 jam dan 20 jam.

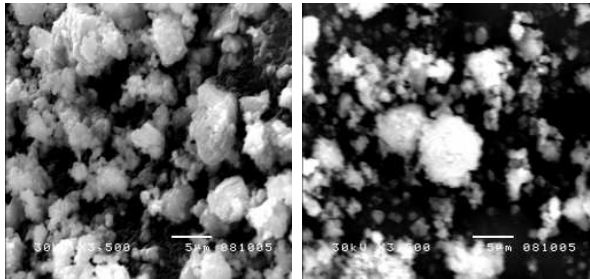
Co-HCP menjadi Co-FCC setelah terjadi proses *milling*, seperti ditunjukkan Gambar 1.

Beberapa bentuk pola difraksi sinar-X dari cobalt murni diperoleh puncak (002)<sub>H</sub> dan (111)<sub>C</sub> merupakan puncak yang paling tinggi/kuat. Intensitas lebih besar yang diperoleh pada puncak (002)<sub>H</sub> dan puncak (111)<sub>C</sub> merupakan hasil preferensi keberadaan partikel Cobalt. Dari hasil difraksi sinar-X dengan perhitungan kualitatif dengan persamaan  $D = (k\lambda)/W\cos\theta$  pada sudut  $2\theta = 40^\circ$  sampai dengan  $60^\circ$  bahwa Cobalt murni sebelum proses HEM, komposit Co-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (36:64) pasca *milling* 12 jam dan 20 jam diperoleh ukuran kristal masing-masing 22,1 nanometer, 16,6 nanometer dan 4,5 nanometer.

Hasil yang diperoleh dari analisa dengan GSAS dari data XRD untuk Cobalt origin diperoleh *chi square* 1,408 dan *wrp* 36.12% dan perbandingan fasa Co-HCP dengan Co-FCC masing-masing 83,778% dan 16,222%. Sedangkan untuk komposit Co-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (36:64) pasca *milling* 1,5 jam, 4,5 jam, 12 jam dan 20 jam diperoleh data untuk harga *chi square*, *wrp*, fasa Co-HCP dan Co-FCC masing-masing 1,859 dan 1,316; 31,34 dan 26,34;



Cobalt Origin 3500X



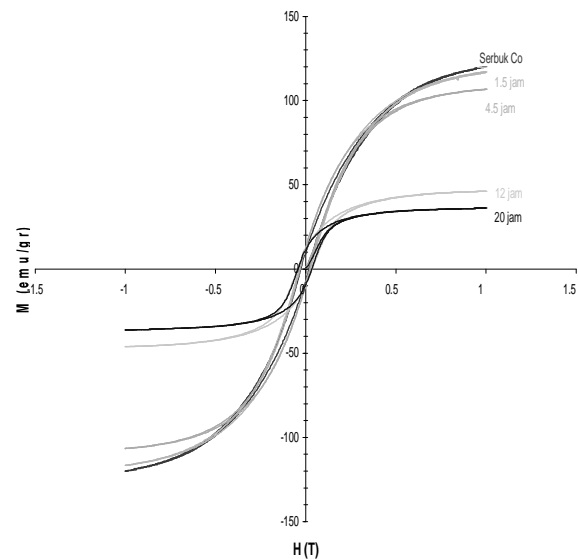
Co-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (36:64) 12h 3500X Co-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (36:64) 20 jam, 3500X

**Gambar 2.** Morfologi hasil *milling* pada cuplikan Cobalt, dan Co-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> dengan variasi waktu *milling* 12jam dan 20jam.

Dari hasil pengamatan menggunakan *Scanning Electron Microscope (SEM)* setelah proses *High Energy Milling (HEM)* selama 12 jam dan 20 jam diperoleh sebaran Cobalt dan Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ditunjukkan pada Gambar 2a, Gambar 2b dan Gambar 2c. Dari hasil tersebut diperoleh perbandingan Co dan Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> didapatkan hasil yang signifikan, yaitu 22,27 : 77,73 dan 23,06 : 76,94 masing-masing untuk komposit Co-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (36:64) setelah proses *milling* selama 12 jam dan 20 jam.

### Hasil Pengukuran Kurva Magnetisasi M-H

Untuk memastikan seberapa besar perubahan fasa Co-HCP menjadi Co-FCC akibat proses penggerusan dengan *High Energy Milling (HEM)* dilakukan pengukuran kurva magnetisasi M-H dengan hasil seperti diperlihatkan pada Gambar 3.



**Gambar 3.** Kurva histerisis serbuk komposit Co-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> variasi waktu *milling*.

Dari kurva tersebut dapat dilihat bahwa lamanya proses penggerusan mengakibatkan saturasi magnetisasi, *Ms* pada medan  $H=1$  Tesla menurun, sebaliknya harga koercivitas intrinsik *Hci* meningkat. Penurunan harga *Ms* dipercaya akibat dari akumulasi *stacking fault* yang menyebabkan fasa Co-HCP berubah menjadi Co-FCC. Sedangkan peningkatan nilai *Hci* diduga akibat dari perubahan bentuk bubuk atau *powder*

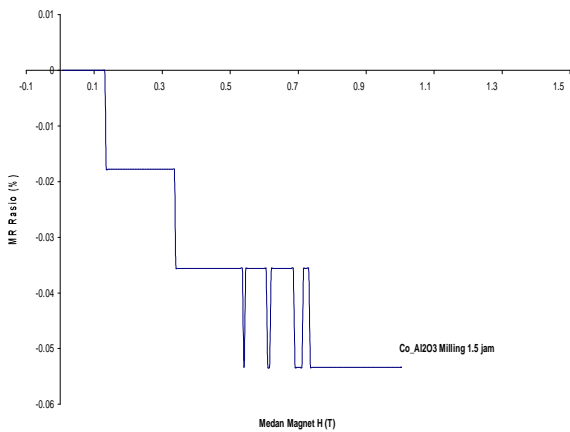
**Table 1.** Harga kersivitas *Hc*, magnetisasi sisa *Mr*, magnetisasi jenuh *Ms* dan konstanta anisotropi (*Ku*) pada sistem komposit Co-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (36:64) dengan variasi waktu *milling*.

Bahan	Hc (Oe)	Mr (Oe)	Magnetisasi (Ms) pada H=1Tesla (emu/gram)	Konstanta Anisotropis, Ku 10 <sup>6</sup> (erg/cc)
Serbuk Cobalt	302	9.05	120	0,161
Co <sub>36</sub> -(Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> ) <sub>64</sub> 1,5 jam	361	12.7	116	0,189
Co <sub>36</sub> -(Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> ) <sub>64</sub> 4,5 jam	324	11.8	107	0,154
Co <sub>36</sub> -(Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> ) <sub>64</sub> 12 jam	467	11.4	46.2	0,096
Co <sub>36</sub> -(Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> ) <sub>64</sub> 20 jam	459	11.0	36.1	0,0737

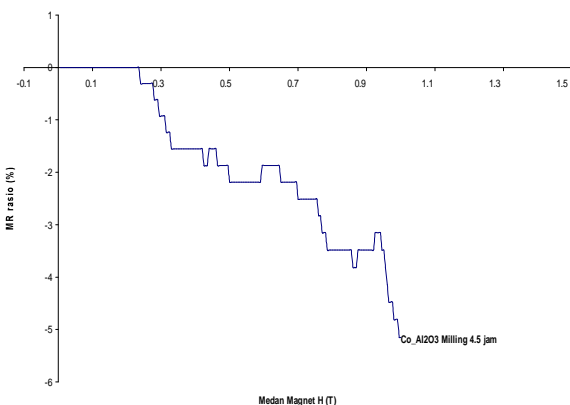
pada cuplikan Co dari berbentuk butiran menjadi agak pipih seperti terlihat pada Gambar 2a. Tabel 1 memperlihatkan simpulan dari hasil pengukuran sifat magnetik pada cuplikan komposit Co-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> menggunakan *Vibrating Sample Magnetometer* (VSM).

### Hasil dan Analisis Pengukuran GMR

Pengukuran sifat *magneto-resistance* (MR) pada serbuk Cobalt dan sistem komposit Co-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (36:64) setelah dilakukan proses *milling* variasi waktu 1,5 jam, 4,5 jam, 12 jam dan 20 jam dapat dilihat pada Gambar 4, Gambar 5, Gambar 6, dan Gambar 7. Seperti yang diharapkan, dengan penambahan waktu *milling* diperoleh fraksi fasa Co-FCC lebih banyak dibandingkan dari fraksi fasa Co-HCP, sehingga mengakibatkan peningkatan pada harga *absolute ratio magneto-resistance* (MR) dan ini diperlihatkan pada Gambar 4 sampai Gambar 7. Pengukuran terhadap nisbah MR dilakukan dengan Arus I=0,001 mA sampai dengan I=0,1 mA.

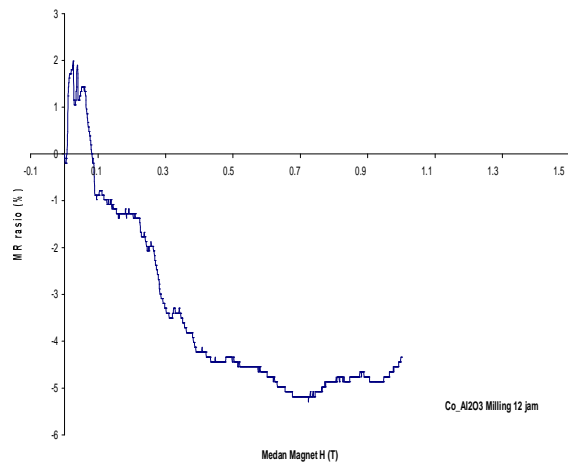


Gambar 4. Kurva rasio *Magneto-resistance* Co<sub>36</sub>-(Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>)<sub>64</sub> hasil HEM 1,5 jam.

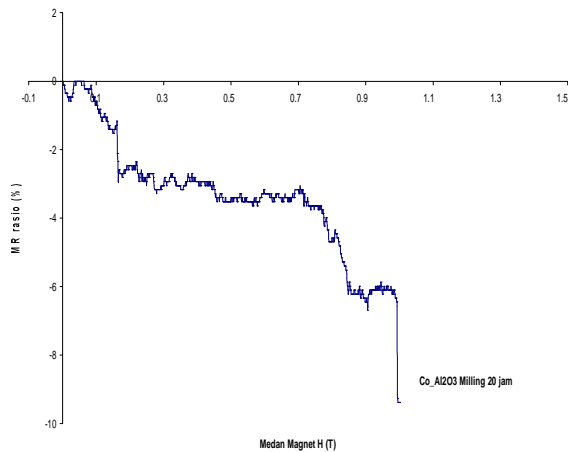


Gambar 5. Kurva rasio *Magneto-resistance* Co<sub>36</sub>-(Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>)<sub>64</sub> hasil HEM 4,5 jam.

Dari gambar di atas diketahui dari pengukuran *Magneto-resistance* MR rasio (%) saat diberikan medan magnet luar sampai 1 Tesla pada sistem komposit



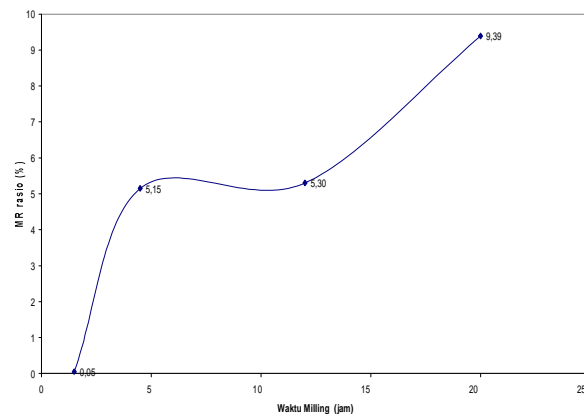
Gambar 6. Kurva rasio *Magneto-resistance* Co<sub>36</sub>-(Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>)<sub>64</sub> hasil HEM 12 jam.



Gambar 7. Kurva rasio *Magneto-resistance* Co<sub>36</sub>-(Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>)<sub>64</sub> hasil HEM 20 jam.

Co-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, akibat waktu *milling* 1,5 jam, 4,5 jam, 12 jam dan 20 jam terlihat pada Gambar 8.

Dari data tersebut diketahui akibat proses *milling* pada sistem komposit Co-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> terjadi kenaikan harga *magneto-resistance* MR ratio sebesar 5,092 % setelah



Gambar 8. Harga *Magneto-resistance* (MR) setelah diberikan medan magnet luar 1 Tesla pada sistem komposit Co - Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> dengan variasi waktu *milling*.

dilakukan *milling* dari (1,5 - 4,5) jam, kenaikan 0,15% setelah *milling* (4,5 - 12) jam serta kenaikan *MR ratio* 4,095% setelah *milling* (12 - 20) jam. Dari data yang diperoleh akibat proses *milling* sampai 20 jam pada sistem komposit Co<sub>36</sub>-(Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>)<sub>64</sub> diperoleh harga *magnetoresistance (MR)* sampai 9,39%, dimana sampel yang diukur dalam bentuk pelet.

## **KESIMPULAN**

Perubahan fasa cobalt dari fasa HCP ke FCC terjadi setelah dilakukan proses *milling* selama 1,5 jam, 4,5 jam, 12 jam dan 20 jam terjadi akibat akumulasi *stacking fault*. Hal ini menyebabkan nilai *magnetoresistance* dari komposit Co-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (36:64) meningkat dari hanya 0,5% menjadi 9%. Hasil ini mendekati nilai nisbah *magnetoresistance (MR)* yang diketemukan pada sistem nano komposit film Co-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>.

## **DAFTARACUAN**

- [1]. H. FUJIMORI, S. MITANI, K. TAKANAHASHI, *Materials Science and Eng. A.*, **267** (1999) 184-192
- [2]. S. MITANI, et. al., *Phys. Rev. Letters.*, **81** (13) (1998) 2799-2802
- [3]. YOUNG, D.A., *Phase Diagrams of the Elements*, Berkeley - California Univ. Press (1991)
- [4]. J. SORT, et. al., *Philosophical Magazine*, **83** (4) (2003) 439-455
- [5]. J.Y. HUANG, et. al., *Appl. Phys. Lett.*, **66** (3) (1995) 308-310