

STATUS PENELITIAN BAHAN GIANT MAGNETORESISTANCE PADUAN LOGAM TANAH JARANG DI P3IB-BATAN

Setyo Purwanto, Ridwan, Mujamilah, Wisnu A.A. dan Ahmad S.

Puslitbang Iptek Bahan (P3IB) - BATAN
Kawasan Puspiptek Serpong, Tangerang 15314

ABSTRAK

STATUS PENELITIAN BAHAN GIANT MAGNETORESISTANCE PADUAN LOGAM TANAH JARANG DI P3IB BATAN. Penelitian bahan *Giant Magnetoresistance (GMR)* – suatu bahan yang dapat dimanfaatkan sebagai sensor magnetik maupun perekam data magnetik- berbasis Logam Tanah Jarang(LTJ) di P3IB-BATAN telah dimulai sejak tahun 1998 dengan objek studi paduan $(\text{Sm},\text{La})\text{Mn}_2\text{Ge}_2$. Dari studi tersebut telah berhasil disintesis suatu paduan yang memiliki rasio *Magneto-Resistance (MR)* mencapai 66% pada suhu ruang setelah perlakuan *sintering*. Diketahui bahwa ukuran butiran, densitas cuplikan mempengaruhi rasio *Magnetoresistance (MR)* bahan. Selanjutnya studi dilakukan melalui program Riset Unggulan Terpadu VI yang berakhir tahun 2001 pada paduan $(\text{Sm},\text{Y})\text{Mn}_2\text{Ge}_2$ dan $(\text{Sm},\text{Gd})\text{Mn}_2\text{Ge}_2$ dalam bentuk pelet dan film tipis. Dari studi tersebut diketahui bahwa pengaruh ukuran butiran pada cuplikan pelet mampu meningkatkan harga rasio MR sebesar 45%. Pada cuplikan pelet harga rasio MR yang besar diduga berkaitan dengan *roughness/kekasaran* dari permukaan sehingga kontribusi *bulk scattering* menjadi sangat dominan. Studi simulasi dengan model magnetic granular pada berbagai paduan ini menunjukkan hal tersebut. Sedangkan pada cuplikan film tipis dimana faktor *roughness* sangat berkurang diketahui peranan *under layer* Ag dan Cu serta proses *sintering* yang berkaitan dengan ukuran butiran pada tingkat mikro bahkan nanometer ternyata dapat mengoptimalkan harga rasio *Magnetoresistance (MR)* sampai rasio MR sekitar 6%. Pengukuran sifat GMR dilakukan dengan peralatan *four point probe* sampai dengan medan magnet luar 2 Tesla.

Kata kunci : *Giant Magnetoresistance (GMR)*, paduan logam tanah jarang $(\text{Sm},\text{R})\text{Mn}_2\text{Ge}_2$, R=La, Y, Gd., film tipis, *under layer* Ag dan Cu

ABSTRACT

CURRENT STATUS OF RESEARCH ON GIANT MAGNETORESISTANCE RARE EARTH COMPOUND AT P3IB-BATAN. Research on Giant Magneto-resistance (GMR) Rare Earth Compound a material can be used by as magnetic sensor rather recording of magnetic data in P3IB-BATAN has been began since 1998 with $(\text{Sm},\text{La})\text{Mn}_2\text{Ge}_2$ as the object of study. The study has success to be syntheses a compound have magneto-resistance rasio (MR) about 66% for the pellet sample at room temperature after heat treatment. To be knew that grain size and density of sample affect magneto-resistance ratio of material. And than the research is performed through sixth RUT program. This program ended at 2001 on $(\text{Sm},\text{Y})\text{Mn}_2\text{Ge}_2$ and $(\text{Sm},\text{Gd})\text{Mn}_2\text{Ge}_2$ compounds with pellet and thin film form. From the study is knew that grain size effect on the pellet able to increase MR value about 45%. On the pellet of high MR value is related to the surface roughness so that bulk scattering contribution become a dominant. Simulation study with granular magnetic model is confirmed the phenomena. The other hand in thin film surface not too rough then the GMR ratio rather small compare to the pellet sample. To optimize the GMR ratio we success to develop a thin film sample with underlayer Ag on glass substrate. Measurement of GMR behavior is performed by four-point probe method use applied magnetic field until 2 Tesla.

Key words : Giant Magnetoresistance (GMR), rare earth compound of $(\text{Sm},\text{R})\text{Mn}_2\text{Ge}_2$, R=La, Y, Gd., thin film, under layer Ag and Cu.

PENDAHULUAN

Paduan RMn_2Ge_2 dengan R adalah unsur logam tanah jarang diketahui memiliki struktur kristal *tetragonal body center*. Diketahui bahwa pada paduan ini fasa magnetik bahan tergantung pada jarak intra kisi momen atom Mn-Mn. Jika jarak intra kisi Mn-Mn lebih kecil dari 0,2865 nm maka fasa bersifat feromagnetik[1].

Satu diantara anggota paduan tersebut adalah paduan SmMn_2Ge_2 yang diketahui memiliki 4(empat) aspek penting yang pertama adalah bersifat feromagnetik pada sumbu mudah $\langle 001 \rangle$ pada daerah suhu 200K sampai dengan suhu transisi *Curie*, $T_{c2}=348\text{K}$. Kedua, paduan ini memiliki fasa Mn-Mn antiferomagnetik pada daerah

suhu antara 81K sampai 174K. Ketiga, fasa feromagnetik yang searah dengan sumbu <110> kembali muncul pada pada daerah suhu lebih kecil dari $T < 26K$. Fenomena ini dikenal sebagai *re-entrant ferromagnetic*. Dan terakhir momen saturasi pada suhu 4,2K adalah $4,18 \mu_B$ per satuan formula, sehingga harga momen atom Mn sekitar $1,7 \mu_B$ [2]. Keistimewaan lain dari bahan ini adalah sifat *magnetoresistance* yang dijumpai pada paduan polikristalnya, sekitar 16% pada medan magnet cukup rendah pada suhu 125K [3]. Diusulkan dengan teknik substitusi unsur Sm dengan unsur lain seperti La, Y dan Gd fenomena *Giant magnetoresistance* (GMR) ini akan dapat diamati pada suhu ruang atau lebih.

Penelitian sepanjang tahun 1998 sampai 2001 di Puslitbang Iptek Bahan-Batan berkonsentrasi untuk mensintesis, modifikasi dan karakterisasi paduan ini dan turunannya. Diantara yang berhasil disintesis adalah paduan $(Sm,La)Mn_2Ge_2$ dengan menggantikan sebagian unsur Sm dengan unsur La pada konsentrasi La antara 10 ~ 30% [4]. Studi pada paduan ini adalah mengamati pengaruh penggantian unsur Sm dengan La terhadap sifat mikro bahan dan sifat magnetik khususnya *magnetoresistance* pada suhu kamar [5]. Sedangkan studi lanjutan melalui program RUT VI adalah sintesis paduan $(Sm,Y)Mn_2Ge_2$ dan $(Sm,Gd)Mn_2Ge_2$ dalam bentuk pelet dan lapisan tipis berikut karakterisasi sifat *magnetoresistance* [6].

TATA KERJA

Bahan dan Metoda

Pada penelitian ini bahan yang dipakai adalah Samarium ingot 99,9%, Lanthanum ingot 99,9%, Yttrium ingot 99,9%, Gadolinium ingot 99,9%, Mn flakes 99,99% dan Germanium 99,999%. Dari bahan-bahan tersebut dibuat paduan $SmMn_2Ge_2$ sebagai *mother alloys* dan $LaMn_2Ge_2$, YMn_2Ge_2 dan $GdMn_2Ge_2$ sebagai *substitution alloys* dengan metoda *Tri Arc Melting* pada suasana gas Argon. Setelah itu paduan dicampur dengan perbandingan persen berat antara *mother alloys* dan *substitution alloys* dan dilakukan *melting* kembali beberapa kali. Kemudian paduan dengan komposisi yang diinginkan tersebut diperiksa fasa yang terbentuk dengan difraksi sinar-X. Sedangkan sebagian bahan lain di *anil* di dalam vakum dengan dibungkus Tantalum foil pada suhu 900°C selama sekitar 100 jam. Setelah di *anil* cuplikan kembali diperiksa dengan difraksi sinar-X untuk mengetahui homogenitas fasa yang ada. Cuplikan yang memenuhi syarat dilakukan pemeriksaan sifat magnetiknya dengan VSM (*Vibrating Sample Magnetometer*) pada berbagai suhu, dan dilakukan pula pengukuran sifat *magnetoresistance* pada cuplikan pelet di suhu kamar dengan peralatan *four point probe* sampai medan magnet luar $H=2$ Tesla.

Sedangkan untuk cuplikan lapisan tipis dari cuplikan yang memenuhi syarat tadi dibuat bentuk

sputtering disc dengan ketebalan sekitar 2 mm diameter 60mm. Lalu dilakukan deposisi di atas *substrat* gelas yang telah dilapisi Ag atau Cu. Kondisi *sputtering* adalah dalam suasana gas argon, pada tekanan sekitar 16~18 mTorr. Lama deposisi adalah 30 menit untuk lapisan *unde layer* Ag atau Cu, sedangkan lapisan paduan GMR-nya bervariasi antara 30 sampai 90 menit.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Pengukuran Difraksi Sinar-X

Hasil analisis pola difraksi paduan $(Sm,La)Mn_2Ge_2$ dengan program *Rietan* [7] ditampilkan pada Tabel 1. Kemudian efek dari penggantian atom Sm dengan atom La mengakibatkan parameter kisi bertambah panjang baik untuk arah sumbu a maupun arah sumbu c kristal. Sebagai akibatnya jarak Mn-Mn di dalam satu kisi (*in plane distance*) maupun antar kisi (*interplane distance*) bertambah. Seperti diperlihatkan pada Tabel 1. Diketahui bahwa besaran jarak Mn-Mn di dalam satu kisi yang sama atau *in plane distance* berpengaruh pada fasa magnetik yang muncul.

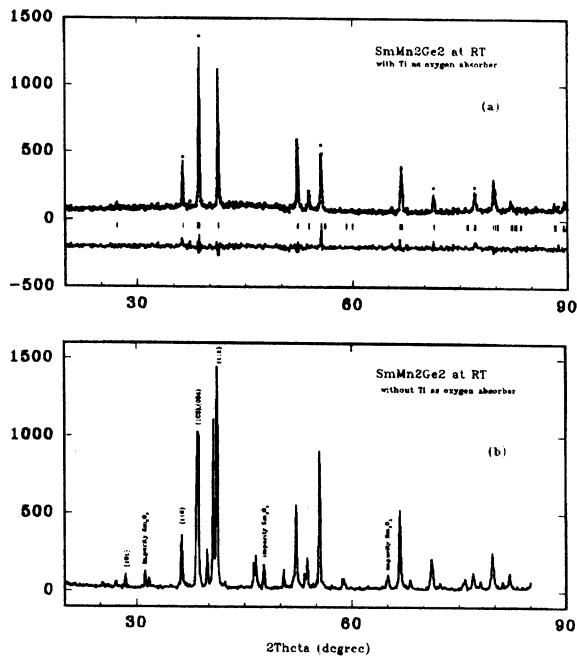
Table 1. Hasil *refinement* (penghalusan) hasil pola difraksi sinar-X

Paduan	Fasa yang terbentuk (%)	Parameter kisi (nm)
$Sm_{0,9}La_{0,1}Mn_2Ge_2$	- $Sm_{0,9}La_{0,1}Mn_2Ge_2$ = 91,13 - La_2O_3 = 8,87	a= 40,7724 c=109,0440 a= 45,1100
$Sm_{0,8}La_{0,2}Mn_2Ge_2$	- $Sm_{0,8}La_{0,2}Mn_2Ge_2$ = 99,93 - La_2O_3 = 0,7	a= 40,8578 c=109,2670 a= 50,2103
$Sm_{0,7}La_{0,3}Mn_2Ge_2$	- $Sm_{0,7}La_{0,3}Mn_2Ge_2$ = 99,93 - La_2O_3 = 0,7	a= 40,8579 c=109,2673 a= 45,1100

Sedangkan untuk paduan $(Sm,Y)Mn_2Ge_2$ hasil analisis difraksi sinar-X dengan program *Rietan* dapat pula dilihat pada Tabel 2. Sedangkan pola difraksi sinar-X untuk cuplikan $SmMn_2Ge_2$ pasca proses *anil* dapat dilihat pada Gambar 1. Dari gambar tersebut terlihat bahwa Ti sebagai penyerap oksigen pada proses pembuatan paduan berfungsi dengan baik sehingga fasa tunggal paduan ini dapat terbentuk.

Table 2. Hasil penghalusan pola difraksi sinar-X untuk paduan $(Sm,Y)Mn_2Ge_2$ yang dibuat dengan Ti sebagai penyerap oksigen.

	x = 0,0	x = 0,10	x = 0,20	x = 0,30
a(Å)	4,06453	4,05839	4,05249	4,04075
c(Å)	10,89636	10,89525	10,88275	10,85028
V(Å ³)	180,01200	179,45100	178,72400	177,15960
Z _{Ge}	0,37807	0,38189	0,38304	0,38444
R _{wp} (%)	11,73000	16,09000	20,66000	18,07000
Catatan : Nilai x adalah nilai nominal, bukan hasil <i>refinement</i>				



Gambar 1. Perbandingan profil pola difraksi untuk paduan SmMn_2Ge_2 ; (a) Paduan yang dibuat dengan Ti sebagai penarik oksigen dan sudah di *refinement* dengan faktor $R_{wp}=11.73\%$, (b) Paduan yang dibuat tanpa Ti sebagai penarik oksigen, dimana terlihat masih ada *impuritas* Sm_2O_3

Pengukuran Sifat Magnetoresistance

Untuk paduan $(\text{Sm},\text{La})\text{Mn}_2\text{Ge}_2$ dari hasil pengamatan strukturmikro dengan SEM/EDAXS terlihat adanya pengaruh ukuran butiran dan pola seperti *domain magnetic* pada cuplikan pasca *sintering* dengan sifat *magnetoresistance* seperti diperlihatkan pada Tabel 3 dan Gambar 2.

Tabel 3. Hasil pengukuran Magnetoresistance cuplikan Pelet $(\text{Sm},\text{La})\text{Mn}_2\text{Ge}_2$

Paduan	Rasio Magnetoresistan (%)			
	Miling	Sintering 1 jam	Sintering 8 jam	Sintering 16 jam
$\text{Sm}_{0,9}\text{La}_{0,1}\text{Mn}_2\text{Ge}_2$	0,60	1,98	0,68	1,05
$\text{Sm}_{0,8}\text{La}_{0,2}\text{Mn}_2\text{Ge}_2$	1,4	6,87	1,92	4,55
$\text{Sm}_{0,7}\text{La}_{0,3}\text{Mn}_2\text{Ge}_2$	7,0	6,4	66,6	26,6

Sedangkan untuk cuplikan pelet $(\text{Sm},\text{Y})\text{Mn}_2\text{Ge}_2$ dan $(\text{Sm},\text{Gd})\text{Mn}_2\text{Ge}_2$ hasil pengukuran *magnetoresistance* diperlihatkan pada Tabel 4 dan 5.

Tabel 4. Hasil pengukuran besaran rasio Magnetoresistance (dalam%) pada cuplikan pelet $(\text{Sm},\text{Y})\text{Mn}_2\text{Ge}_2$

Nama Cuplikan (ukuran butir)	Pasca Sinter 1 jam	Pasca Sinter 16 jam
A(>53,2mikron)	0,6	12,1
B(35,3~53,2mikron)	8,0	11,4
C(17,3~35,3 mikron)	2,3	7,2
D(<17,3 mikron)	2,6	8,1



Gambar 2. Hasil foto strukturmikro dengan SEM untuk cuplikan $\text{Sm}_{0,7}\text{La}_{0,3}\text{Mn}_2\text{Ge}_2$ setelah *disinter* selama 8 jam pada suhu 900°C . Terlihat adanya pola gelap (abu-abu) dan putih yang memanjang dengan ukuran masing-masing 10 mikron untuk alur putih dan 20 mikron untuk alur abu-abu.

Tabel 5. Hasil pengukuran besaran rasio magnetoresistance (dalam%) pada cuplikan pellet $(\text{Sm},\text{Gd})\text{Mn}_2\text{Ge}_2$

Nama Cuplikan (ukuran butir)	Pasca Sinter 1 jam	Pasca Sinter 16 jam
A(>53,2mikron)	3,9	2,2
B(35,3~53,2mikron)	34,0	45,3
C(17,3~35,3 mikron)	42,3	29,3
D(<17,3 mikron)	2,8	8,2

Pengaruh substitusi atom Y dan Gd terhadap posisi atom Sm dari data sifat GMR di atas diketahui mampu meningkatkan unjuk kerja daerah suhu GMR menjadi cukup signifikan pada suhu kamar. Proses perlakuan panas terbukti mampu meningkatkan sifat *magnetoresistance* hingga mencapai harga rasio GMR 11,4% dan 45,3% masing-masing untuk cuplikan dengan substitusi Y dan Gd dengan ukuran butiran antara 35,3 – 53,2 mikron. Hal ini dapat dipahami dengan adanya peningkatan sebaran atom Mn pasca sinter. Dengan kata lain bahwa efek *sintering* mengakibatkan sebaran atom Mn yang sangat berperan pada fenomena *magnetoresistance* ini tersebar secara merata.

Berbeda dengan cuplikan pelet karena faktor *roughness* (kekasaran) permukaan dan ukuran butiran mengakibatkan harga rasio *magnetoresistance* yang cukup besar. Pada cuplikan lapisan tipis hal tersebut tidak terjadi, namun peran *Under layer* terbukti dapat memperbaiki sifat *magnetoresistance* bahan seperti diperlihatkan pada Tabel 6 dan 7 di bawah ini.

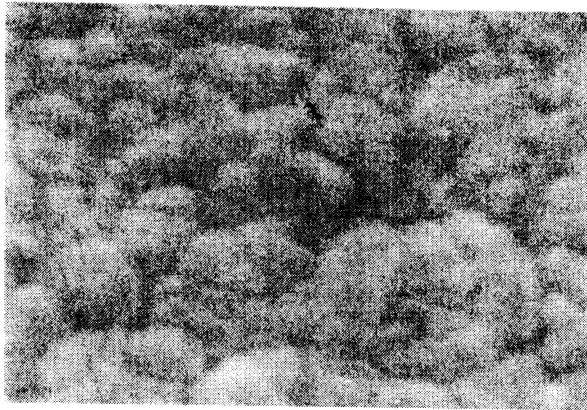
Tampaknya profil strukturmikro dari film tipis juga berpengaruh pada besaran rasio *magnetoresistance* bahan, seperti diperlihatkan pada Gambar 3 dibawah ini. Ukuran butiran film tipis pada umumnya berkisar antara 300 sampai 500 nanometer. Jauh lebih halus dari ukuran butiran cuplikan *pellet* hasil proses penghalusan sekalipun yang berkisar antara 15 sampai 50 mikrometer.

Tabel 6. Hasil pengukuran besaran rasio *magnetoresistance* (dalam%) pada film tipis (Sm,Gd)Mn₂Ge₂ /Ag/Gelas

As-deposit	Pasca Sinter 300C/ 15 menit	Pasca Sinter 325C/ 15 menit
3,1	4,0	5,7
Hc=3650 Oe	3422 Oe	2422 Oe

Tabel 7. Hasil pengukuran besaran rasio *magnetoresistance* (dalam%) pada film tipis (Sm,Gd)Mn₂Ge₂ / Cu/Gelas

As-deposit	Pasca Sinter 300C/15 menit
2,3	3,8
Hc= 2000 Oe	Hc= 1715 Oe



Gambar 3. Profil strukturmikro film tipis (Sm,Gd)Mn₂Ge₂/Ag/Gelas pasca *sintering* 300°C/15 menit. Ukuran butiran/*grain* berkisar 300~500 nanometer.

KESIMPULAN

Dari hasil-hasil yang telah dikemukakan di atas dapat disimpulkan bahwa litbang bahan *Giant Magnetoresistance* (GMR) berbasis paduan logam tanah jarang yang dapat dimanfaatkan sebagai sensor maupun *magnetic reading head* telah memasuki tahap modifikasi pada lapisan film tipis.

Usaha substitusi bahan lain seperti La, Y dan Gd pada sistem SmMn₂Ge₂ terbukti dapat meningkatkan unjuk kerja bahan sampai dapat diukur pada suhu kamar. Peningkatan sifat *magnetoresistance* rasio pada khususnya dapat dimodifikasi dengan metoda substitusi tersebut. Ukuran butiran, *roughness* (kekasaran), *under layer* Ag dapat mengoptimalkan besaran rasio GMR pada cuplikan film tipis.

DAFTAR ACUAN

- [1] A. SZYTULA and I. SZOTT, *Solid State Commun*, **40** (1980) 199-200
- [2] S. PURWANTO. ET.AL, *Physica B* **213 & 214** (1995) 318-320,
- [3] BRABERS J.H.V.J et.al, *J. of Alloys and Comp.* **199** L1-L3, (1993)

- [4] S. PURWANTO et.al, *Jurnal Mikroskopi dan Mikroanalisis*, **3** (1)(2000) 13-16
- [5] S. PURWANTO et.al, *Jurnal Sains Materi Indonesia*, **2** (1)(2000) 21-24
- [6] S. PURWANTO, Laporan Riset RUT VI, Dewan Riset Nasional, (2001)
- [7] H. FUJII, Manual Rietan