PROSES *SINTERING* DALAM PEMBUATAN MAGNET PERMANEN UNTUK METERAN AIR

Novrita Idayanti[1], Dedi[1], dan Sukarna Djaja[2]
[1]*Peneliti Puslitbang TELKOMA - LIPI*
Jl. Cisitu 21/154 D Bandung 40135
[2]*Peneliti Puslitbang METALURGI - LIPI*
Jl. Cisitu 21/154 D Bandung 40135

ABSTRAK

PROSES *SINTERING* DALAM PEMBUATAN MAGNET PERMANEN UNTUK METERAN AIR. Telah dilakukan percobaan pembuatan magnet permanen yang digunakan untuk meteran air. Bahan baku utama yang digunakan adalah oksida besi dari limbah *Hot Strip Mill* (HSM) Industri Baja Nasional. Teknologi proses yang digunakan adalah teknologi keramik yaitu mereaksikan semua bahan baku dalam bentuk serbuk dengan tahapan *mixing*, kalsinasi, kompaksi dan *sintering*. Sebelum proses pembuatan magnet dimulai, limbah HSM terlebih dahulu di *roasting* pada temperatur 800°C, sehingga menjadi Fe_2O_3 dengan kemurnian 66,4 %. Kemudian dicampur dengan beberapa bahan baku lain yang juga bersifat teknis yaitu Barium Karbonat ($BaCO_3$) dan Stronsium Karbonat ($SrCO_3$). Dengan komposisi berdasarkan rumus kimia (0,9 BaO 0,1 SrO) 3,98 Fe_2O_3. Aditif yang digunakan adalah Kalsium Oksida (CaO) sebanyak 0,75 % dan Silikon Oksida (SiO_2) sebanyak 0,60 % dan sebagai *binder* digunakan Polivinil Alkohol (PVA) sebanyak 1,5 %. Berbagai kondisi proses *sintering* divariasikan, seperti pengaruh variasi waktu *holding time* (30, 45, 60 dan 90 menit) dan pengaruh variasi temperatur *sintering* (1200, 1250 dan 1300 °C). Pengaruh waktu penggilingan kalsin juga dilakukan untuk mengetahui pengaruh besarnya butir awal sebelum dan setelah di*sinter*. Adapun reaksi kimia yang terjadi selama proses *sintering* adalah sebagai berikut :

$$0{,}9\ BaCO_3 + 0{,}1\ SrCO_3 + 3{,}98\ Fe_2O_3 \longrightarrow (0{,}9\ BaO\ 0{,}1\ SrO)\ 3{,}98\ Fe_2O_3 + CO_2$$

Dari hasil percobaan didapatkan karakteristik sifat magnet sudah menyamai karakteristik magnet meteran air impor.

Kata kunci : Limbah *hot strip mill*, PVA, $BaCO_3$, $SrCO_3$

ABSTRACT

SINTERING PROCESS OF MAKING PERMANEN MAGNET FOR WATER SYSTEM. The experiments of making magnet for water meter system had been performed. The main raw material used was iron oxyde from Hor Strip Mill (HSM) waste of Iron Company. Ceramic Technology was in process technology by reacting all powder raw material with step by mixing, calcination, compaction and sinteritation). Before the process of making magnet started the HSM waste was roasted at the temperature of 800°C, until it become Fe_2O_3 with the purity of 66.4 %. Than the Fe_2O_3 was mixed with other technical raw material such as $BaCO_3$ and $SrCO_3$. The composition of mixing was based on the chemical formula (0.9 BaO 0.1 SrO) 3.98 Fe_2O_3. The additive used in the formula were 0.75 % Calsium Oxide (CaO) and 0.6 % Silikon Oxide (SiO_2) and as the binder, it was used 1.5 % Polivinil Alkohol (PVA). Several sintering process conditions were varied, such as the variation of holding time (30, 45, 60 dan 90 menit) and the effect of sintering temperature variation (1200, 1250 dan 1300 °C). The effect time milling of calsin was also tested to know the effect of first before and after sintered. The chemical reaction occurred during sintering process is as follows :

$$0.9\ BaCO_3 + 0.1\ SrCO_3 + 3.98\ Fe_2O_3 \longrightarrow (0.9\ BaO\ 0.1\ SrO)\ 3.98\ Fe_2O_3 + CO_2$$

From the experiment it was found that megnetic characteristic was similar to the characteristic of the import of magnet water meter system .

Key words : Hot strip mill waste, PVA, $BaCO_3$, $SrCO_3$

PENDAHULUAN

Magnet merupakan salah satu komponen elektronik yang banyak digunakan pada saat ini. Dilihat dari segi fungsinya, secara umum bahan magnet terbagi atas bahan magnet lunak (*soft*) dan bahan magnet keras (*hard*). Bahan magnet lunak digunakan untuk keperluan dimana bahan tersebut harus mudah dimagnetisasi dan mudah pula didemagnetisasi. Sebaliknya bahan magnet keras digunakan untuk magnet permanen yang tidak mudah didemagnetisasi dan berfungsi sebagai sumber energi berupa gaya magnetik.

Volume 3 No. 2, Pebruari 2002, hal 29- 33
ISSN : 1411-1098

Salah satu aplikasi magnet permanen adalah digunakan dalam meteran air, yang berfungsi sebagai pemutar *Van Wheel* ke unit register. Dalam penelitian ini dicoba untuk mengetahui teknologi proses pembuatan magnet permanen meteran air. Sebagai bahan acuan dipakai magnet permanen impor yang dipakai dalam meteran air produksi PT. Linflow, dengan tipe : E-93, *Hydraulic Static Pressure* = 17 kg/cm^2. Dari hasil karakterisasi komposisi bahan baku dengan menggunakan *Scanning Electron Microscopy* (SEM) diketahui bahwa rumus kimia dari magnet tersebut adalah (0,9 BaO 0,1 SrO) 3,98 Fe_2O_3. Dari hasil karakterisasi beberapa sifat magnet acuan didapat *range* nilai Induksi remanen (Br) =2,11- 2,12 kG , Koersivitas (Hc) = 1,70 - 1,81kOe, Produk Energi Maksimum (BH max) = 0,92 - 1,00 MGOe dan densitas = 4,7 - 5,00 g/cm^2.

Dari hasil penelitian terdahulu didapat bahwa penggilingan bahan baku terbaik pada waktu 6 jam, tekanan yang terbaik dilakukan pada tekanan 7 ton/cm^2 dan kalsinasi pada temperatur 1200°C [4]. Pada penelitian ini dicoba untuk memvariasikan proses *sintering* dalam proses pembuatan magnet. Karena diduga proses *sintering* sangat berpengaruh terhadap karakteristik sifat magnet. Selain itu juga divariasikan pengaruh waktu penggilingan kalsin untuk mengetahui pengaruhnya terhadap besarnya butir setelah di*sinter*. Selama proses *sintering*, bahan yang di *sinter* mengalami proses sebagai berikut :

1. Ikatan mula antar partikel
2. Tahap pertumbuhan leher
3. Tahap pembulatan pori[1].

Awal proses *sinter* adalah proses ikatan dini dimana akan meliputi difusi atom-atom yang akan mengarah keperkembangan batas butir. Ikatan ini terjadi pada bidang kontak fisik antar partikel. Selanjutnya terjadi pertumbuhan leher. Selama pemanasan daerah yang dinamakan leher itu akan berkembang menjadi besar. Pada proses ini terjadi perpindahan massa, dan penghalusan dari saluran pori antar partikel. Pada tahap berikutnya akan terjadi penyatuan pori-pori ke dalam kesatuan yang lebih besar tanpa menambah volume total pori, dan pelepasan gas yang terperangkap di dalam pori.

Ukuran butiran dan keporian sangat mempengaruhi sifat magnetik bahan. Untuk mendapatkan nilai *remanen* yang tinggi kerapatan bahan haruslah tinggi. *Sintering* yang tinggi dan cukup lama bisa menghasilkan bahan dengan kerapatan yang tinggi, tapi *sintering* yang lama akan mengakibatkan terjadinya pertumbuhan butir yang besar. Pertumbuhan butir yang besar akan merugikan karena turunnya harga koersivitas, untuk menghasilkan koersivitas yang besar ukuran butir haruslah kecil.

Umumnya terdapat dua variabel utama yang dapat dikendalikan dalam proses *sintering* untuk mengatur ukuran butir dan dan keporian yaitu : ukuran butiran awal, dan temperatur *sintering* [3]. Hubungan antara butiran awal (do) dengan ukuran butiran selama proses *sintering* adalah sebagai berikut :

$$d = do + (\gamma\, v\, t / kT)^{1/2} \exp(-\Delta G / 2kT) \quad \ldots\ldots\ldots(1)$$

dimana :

γ = tegangan permukaan batas butiran
v = volume atom
t = waktu
ΔG = energi aktivasi
k = konstanta Bolztman
T = temperatur (°K)

METODOLOGI

Bahan

Bahan-bahan yang digunakan dalam percobaan ini adalah sebagai berikut :

- Bahan baku utama adalah Oksida Besi *Hot Strip Mill*
- Barium Karbonat ($BaCO_3$) teknis, Stronsium karbonat ($SrCO_3$) teknis
- Silikon Oksida (SiO_2)
- Bahan pengikat organik, yaitu PVA > 98 %.
- Alkohol teknis sebagai campuran / media dalam proses pencampuran dan penggilingan bahan baku dan kalsin.

Peralatan

Peralatan utama yang digunakan terdiri dari :

- Peralatan untuk menyiapkan bahan seperti neraca analitik, *ball/jar mill* keramik dengan diameter 9 cm lengkap dengan bola-bola keramik, oven pengering dan lain-lain.
- Peralatan untuk pembentukan / kompaksi kalsin yang terdiri dari mesin *pres hidrolik* dan cetakan untuk membuat contoh berbentuk bulat.
- Tungku *sintering* dengan temperatur maksimum 1700°C
- *Permagraph*, yaitu alat untuk mengukur sifat kemagnetan (hysteresis loop)
- Peralatan untuk mengukur densitas ferit secara sederhana.

Metoda

Sebagaimana umumnya fabrikasi ferit, percobaan pembuatan ferit disini dilakukan menggunakan teknologi keramik sebagai berikut :

- Pencampuran/penggilingan bahan baku, yaitu serbuk oksida logam pembentuk ferit, dengan perbandingan berat tertentu untuk mendapatkan komposisi kimia yang diinginkan.
- Kalsinasi atau pra *sintering*.
- Penggilingan kalsin dan penambahan bahan pengikat organik.
- Pembentukan/kompaksi serbuk kalsin dengan cetakan (*dies*).

- Pemanasan awal hasil cetak pada temperatur 500°C untuk menghilangkan bahan pengikat.
- Proses *sintering*.

Prosedur

Pencampuran Bahan Baku

Bahan-bahan berupa serbuk (Fe_2O_3 , $BaCO_3$, $SrCO_3$) ditimbang sesuai komposisinya. Kemudian dicampur dalam *Jar Mill* dan digiling selama 6 jam dalam kondisi 40 % padatan dan 60 % Alkohol. Hasilnya dikeringkan didalam oven pengering pada temperatur ±100 °C maksudnya untuk menghilangkan alkohol, kemudian hasil pengeringan yang menggumpal dihaluskan kembali dengan *mortar agate*.

Kalsinasi

Serbuk campuran dikalsinasi dalam tungku *muffle furnace* dengan laju pemanasan 10°C/menit sampai temperatur 500°C ditahan selama 30 menit. Kalsinasi dilakukan pada temperatur 1200°C dengan laju pemanasan 10°C/menit dan ditahan selama 3 jam, kemudian pemanasan turun sampai 475°C dengan laju 40°C/menit.

Penggilingan Kalsin

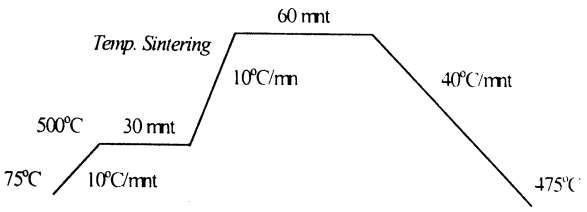
Hasil kalsinasi berbentuk gumpalan sehingga perlu digiling kembali dengan menambahkan zat aditif yaitu CaO 0,75% dan SiO_2 0,60% dari berat kalsin. Penggilingan divariasikan selama 12, 16 dan 20 jam dengan kondisi 40% padatan dan 60% alkohol. Pada waktu 8 jam sebelum berakhirnya penggilingan ditambahkan lagi PVA sebanyak 1,5% dari berat kalsin. Setelah kering dihaluskan kembali dengan *mortar agate* atau digiling secara kering dan disaring hingga lolos 400 mesh.

Pembentukan

Serbuk kalsin ditimbang sebanyak 5 gram setiap *sample*, dicetak berbentuk tablet dengan cetakan yang dapat menekan dari dua arah, diameter cetakan adalah 15 mm. Tekanan kompaksi pada 7 ton/cm^2.

Sintering

Hasil cetakan disinter pada temperatur yang divariasikan yaitu 1200°C, 1250°C dan 1300°C. Waktu *holding time* juga divariasikan selama 30, 45, 60 dan 90 menit dengan laju pemanasan dan pendinginan sebagai berikut :
10°C/menit sampai temperatur 500°C ditahan selama 30 menit. Pemanasan dilanjutkan sampai temperatur *sintering* dengan laju pemanasan 10°C/menit dan ditahan selama 1 jam, kemudian pemanasan turun sampai 475°C dengan laju 40°C/menit.



Gambar 1. Trayek *Sintering*

HASIL DAN PEMBAHASAN

Tabel 1. Pengaruh Temperatur *Sintering* Terhadap Sifat Magnet

Sifat Magnet \ Temperatur	1200°C	1250°C	1300°C	Contoh Acuan
Induksi Remanen, Br (kG)	2.27	2.42	1.42	2.11 - 2.12
Koersifitas, HcB (kOe)	1.737	1.700	0.365	1.70 - 1.81
BH max (MGOe)	1.06	1.15	0.11	0.92 - 1.0
Densitas (gr/cm^3)	4.92	4.87	5.00	4.7 - 5.00

Keterangan :
- Temperatur kalsinasi 1200°C
- Waktu penggilingan bahan baku 6 jam
- Waktu penggilingan kalsin 16 jam
- *Holding time sintering* 60 menit

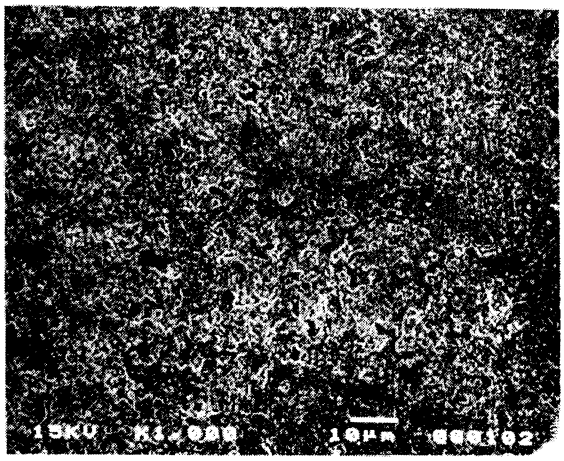
Dari tabel dapat dilihat bahwa pada temperatur *sintering* 1200°C dan 1250°C sudah menunjukkan sifat magnet yang baik dan dapat dikatakan sudah menyamai magnet acuan. Tetapi pada temperatur *sintering* 1300°C sifat magnet menurun, karena terjadi pertumbuhan butir ferit selama proses *sintering*. Densitas meningkat menjadi 5,00 g/cm^3, hal ini disebabkan karena energi aktifasi yang dimiliki oleh atom-atom atau ion-ion di dalam partikel menjadi lebih tinggi, sehingga peluang terjadinya loncatan atom/ion melewati batas butiran semakin besar. Hal ini menyebabkan pori-pori menjadi berkurang sehingga densitas/kerapatan meningkat. Hubungan ini dapat dilihat pada persamaan 1. Pertumbuhan butir dan berkurangnya pori-pori pada waktu proses *sintering* dapat dilihat pada Gambar 2, Gambar 3 dan Gambar 4.

Dibandingkan dengan contoh acuan, sifat magnet dan densitas contoh hasil percobaan untuk waktu *sintering* 1200°C dan 1250°C sudah memenuhi, tetapi untuk waktu *sintering* 1300°C sifat magnet belum memenuhi tetapi untuk nilai densitas sudah memenuhi.

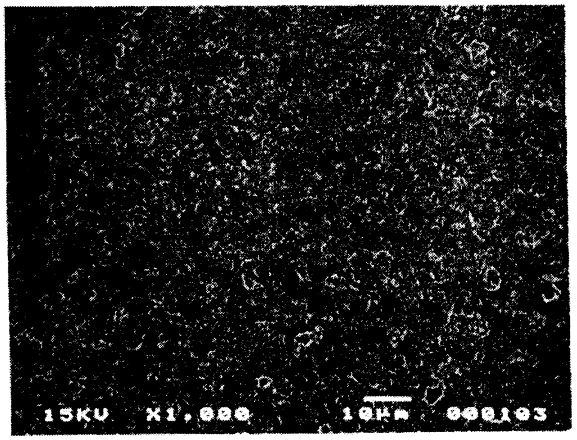
Untuk mengetahui pengaruh waktu penggilingan kalsin, maka waktu divariasikan selama 12, 16 dan 20 jam. Penggilingan bahan baku yang paling dianggap baik adalah selama 6 jam berdasarkan penelitian terdahulu. Dari Tabel 1 diatas dapat dilihat bahwa lamanya waktu *milling* berpengaruh terhadap sifat magnet.

Nilai Br pada waktu *milling* 12 jam adalah 2,25 kG meningkat menjadi 2,42 kG dan turun menjadi 2,32 kG. Nilai Koersivitas dan BH max mencapai angka optimum

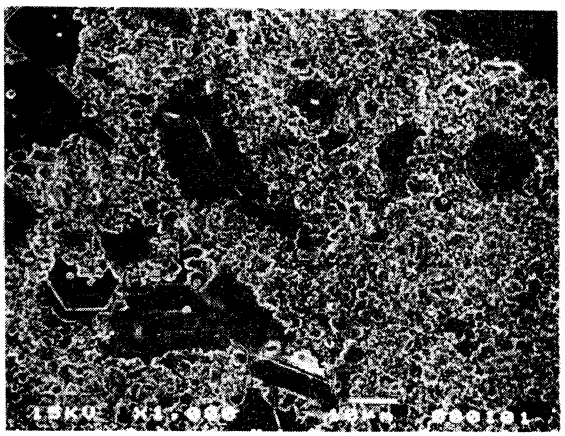
Volume 3 No. 2, Pebruari 2002, hal : 29- 33
ISSN : 1411-1098



Gambar 2. Temperatur *sintering* 1200°C



Gambar 3. Temperatur *sintering* 1250°C



Gambar 4. Temperatur *sintering* 1300°C

pada waktu *milling* 16 jam yaitu 1,700 kOe dan 1,15 MGOe dan kembali turun pada waktu *milling* 20 jam. Menurunnya sifat magnet ini disebabkan karena serbuk yang digiling terlalu lama menjadi sangat halus, sehingga menjadi super paramagnetik [2]. Sehubungan dengan gejala super paramagnetik tersebut waktu penggilingan yang paling optimum adalah 16 jam, sedangkan densitas yang tertinggi dicapai pada waktu *milling* 20 jam. Dari hasil pengamatan tabel diatas, contoh yang dianggap sudah memenuhi nilai sifat magnet dan densitas contoh acuan adalah contoh dengan waktu *milling* 16 jam.

Tabel 2. Pengaruh Waktu *Milling* Terhadap Sifat Magnet

Sifat Magnet \ Waktu *Milling*	12 (jam)	16 (jam)	20 (jam)	Contoh Acuan
Induksi Remanen, Br (kG)	2.25	2.42	2.32	2.11 - 2.12
Koersifitas, HcB (kOe)	1.614	1.700	1.653	1.70 - 1.81
BH max (MGOe)	0.97	1.15	1.02	0.92 - 1.0
Densitas (gr/cm^3)	4.80	4.87	4.92	4.7 - 5.00

Keterangan :
- Temperatur kalsinasi 1200°C
- Waktu penggilingan bahan baku 6 jam
- Temperatur sintering 1250°C
- *Holding time sintering* 60 menit

Tabel 3. Pengaruh Waktu *Holding Time* Terhadap Sifat Magnet

Sifat Magnet \ *Holding Time*	30 (mnt)	45 (mnt)	60 (mnt)	90 (mnt)	Contoh Acuan
Induksi Remanen, Br (kG)	2.40	2.45	2.42	2.33	2.11 - 2.12
Koersifitas, HcB (kOe)	1.724	1.700	1.700	1.474	1.70 - 1.81
BH max (MGOe)	1.06	1.13	1.15	0.94	0.92 - 1.0
Densitas (gr/cm^3)	4.89	5.00	4.87	4.89	4.7 - 5.00

Keterangan :
- Temperatur kalsinasi 1200°C
- Temperatur *sintering* 1250°C
- Waktu penggilingan bahan baku 6 jam
- Waktu penggilingan kalsin 16 jam

Untuk waktu *holding time* 30 menit, 45 menit dan 60 menit menunjukkan sifat magnet yang baik, nilai induksi remanen dan densitas yang tertinggi dicapai pada waktu *holding time* 45 menit yaitu sebesar 2,45 kG dan 5,00 g/cm^3. Pada saat *holding time* 90 menit sifat magnet turun, yaitu : Induksi Remanen = 2,33 kG, Koersivitas = 1.474 kOe, BH max = 0,94 MGOe dan densitas 4,89 g/cm^3, hal ini disebabkan karena terjadinya pertumbuhan butir selama proses *sintering*.

KESIMPULAN

Dari penelitian ini, maka dapat ditarik beberapa kesimpulan tentang pengaruhnya proses *sintering* terhadap karakteristik sifat magnet permanen untuk meteran air.

1. Temperatur *sintering* yang paling optimum dalam proses pembuatan magnet permanen untuk meteran air adalah pada temperatur 1250°C, dimana dapat

menghasilkan induksi remanen 2,42 kG, koersifitas 1,700 kOe, BH max 1,15 MGOe dan densitas 4,87 g/cm^3.

2. Waktu *milling* yang paling optimum adalah 16 jam.
3. *Holding time* yang terbaik adalah pada waktu 45 menit, contoh uji ini juga yang dianggap paling baik dalam penelitian ini, dengan induksi remanen 2,45 kG, koersivitas 1,700 kOe, BH max 1,13 MGOe dan densitas 5,00 g/cm^3.
4. Dari hasil penelitian ini contoh uji dengan hasil yang terbaik sudah menyamai contoh acuan magnet permanen impor untuk meteran air.

DAFTAR ACUAN

[1] ERLAYAS PURBA, Sinterin", *Proceeding LFN LIPI* Bandung, (1984).

[2] GOLDMAN,A., "*Modern Ferrite Technology*", 1st Ed., Van Nostrand Reinhold, New York, (1990).

[3] GRESKOVICH,C.,, "*Milling, in Treatise on Materials Science and Technology*", Vol.9, 4th Ed. Edited by Wang, F.F.Y., Academic Press, Inc., Orlando (1989).

[4] IDAYANTI, N. Laporan Triwulan II, "*Pembuatan Magnet Permanen untuk Komponen Listrik dan Elektronik*", (2001)

[5] NICOLAS, J., "*Microwave Ferrites, in Ferromagnetic Materials*", vol.2, 2nd Ed. Edited by Wohlfarth, E.P., Elsevier Science Publishers B.V., Amsterdam, (1986).