

Sintesis Barium Heksaferrit Tipe W Melalui Metode Mechanical alloying

Desriyan Lestari¹, Widyaningrum Indrasari^{1,2}, Erfan Handoko^{1,2*}

¹Kelompok Peneliti Material Magnet, Jurusan Fisika FMIPA Universitas Negeri Jakarta

²Jurusan Fisika FMIPA Universitas Negeri Jakarta.

Jalan Pemuda No.10 Rawamangun, Jakarta Timur 13220

*Email: erfan@unj.ac.id

Abstrak

Barium heksaferrit tipe W dengan struktur kristal $BaMe_2Fe_{16}O_{27}$ (Me adalah logam bivalen) memiliki sifat magnetik yang baik dan nilai temperatur curie tinggi. Substitusi ion pada barium heksaferrit tipe W dapat memperbaiki sifat dari barium heksaferrit tipe W. Pada penelitian ini akan dilakukan substitusi Fe dengan ion Co dan ion Ti dengan nilai $x = 0$ dan 0.1 menggunakan metode *mechanical alloying*. Pencampuran bahan dasar $BaCO_3$, Fe_2O_3 , Co_3O_4 , dan TiO_2 dengan proses milling menggunakan *high energy ball mill* dalam keadaan *wet milling* menggunakan toluena selama 1 jam dilanjutkan proses kalsinasi dan sintering. Kemudian sampel dianalisis struktur kristalnya menggunakan XRD (*X-Ray Diffraction*) dengan radiasi sumber $CuK\alpha$. Hasil kalkulasi pada fasa $BaCoTiFe_{16}O_{27}$ ($x = 0$) diperoleh nilai parameter kisi $a=b= 5.886 \text{ \AA}$ dan $c= 23.236 \text{ \AA}$, sedangkan pada fasa $BaCoTiFe_{15.8}Co_{0.1}Ti_{0.1}O_{27}$ ($x = 0.1$) diperoleh nilai parameter kisi $a=b= 5.894 \text{ \AA}$ dan $c= 23.257 \text{ \AA}$.

Kata kunci : Barium Heksaferrit tipe W, Mechanical Alloying, X-Ray Diffraction, Parameter Kisi,

Abstract

W-type Barium hexaferrite with a crystal structure $BaMe_2Fe_{16}O_{27}$ (Me is a divalent metal) has a good magnetic properties and high value of currie temperature. Ion substitution on W-type Barium Hexaferrite can be improve the properties of W-type Barium Hexaferrite. For this research, substitution Fe by ion Co and Ti with $x = 0$ and 0.1 by mechanical alloying method will be performed. Mixing of basic materials $BaCO_3$, Fe_2O_3 , Co_3O_4 , and TiO_2 by milling process using high energy ball mill in a wet milling condition using toluene for 1 hour followed with calcination and sintering. Then Crystal structure in the sample will be analyzed using XRD (*X-Ray Diffraction*) with $CuK\alpha$ radiation. The calculation of the phase $BaCoTiFe_{16}O_{27}$ ($x = 0$) obtained values of lattice parameters $a=b= 5.886 \text{ \AA}$ dan $c= 23.236 \text{ \AA}$, while the phase $BaCoTiFe_{15.8}Co_{0.1}Ti_{0.1}O_{27}$ ($x = 0.1$) obtained values of lattice parameters $a=b= 5.894 \text{ \AA}$ dan $c= 23.257 \text{ \AA}$.

Keywords: W-type Barium Hexaferrite, Mechanical Alloying, X-Ray Diffraction, Lattice Parameter, Grain Size, Volume Unit Cell

1. Pendahuluan

Ferrit merupakan bahan magnetik yang mengandung besi oksida kompleks dengan sifat magnetik yang baik. Ferrit memiliki struktur spinel, struktur garnet dan struktur heksagonal. Struktur spinel memiliki rumus kimia $Me(Fe_2O_4)$, sedangkan struktur garnet memiliki struktur $Me_3(Fe_5O_{12})$ dan struktur heksagonal memiliki 6 tipe struktur yaitu tipe M ($BaFe_{12}O_{19}$), tipe W ($BaMe_2Fe_{16}O_{27}$), tipe X ($BaMe_2Fe_{28}O_{46}$), tipe Y ($Ba_2Me_2Fe_{12}O_{22}$), tipe Z ($Ba_3Me_2Fe_{24}O_{41}$), dan tipe U ($Ba_4Me_2Fe_{36}O_{60}$), dimana Me merupakan logam transisi bivalen. [1] Barium heksaferrit memiliki struktur heksagonal, struktur heksagonal memiliki nilai a dan b yang sama sedangkan nilai c berbeda, dengan nilai $a = b = 5,8920 \text{ Angstrom}$, dan $c = 23,1830 \text{ Angstrom}$. [2]. Heksaferrit tipe M disebut juga dengan struktur

magnetoplumbit. Heksaferrit tipe M ini juga memiliki medan anisotropi (Ha) sangat tinggi hingga mencapai 35 KG dan konstanta anisotropi kristal sebesar $3,3 \times 10^{-5} \text{ Jm}^{-3}$ sehingga memiliki peluang untuk digunakan sebagai magnet permanen [3]. Heksaferrit tipe W memiliki temperatur Curie, saturasi magnetik total paling tinggi, dan nilai koersivitas yang rendah hanya beberapa ratus Oerstad sehingga Heksaferrit tipe W tergolong sebagai keluarga *soft magnetic material* [4]. Untuk sifat seperti ini, Barium heksaferrit tipe W cocok untuk dijadikan material penyerap gelombang mikro pada frekuensi gigahertz. Heksaferrit tipe Y memiliki nilai stabilitas termal yang rendah. Sedangkan untuk Heksaferrit tipe Z memiliki struktur yang lebih kompleks dari keluarga heksaferrit yang lain sehingga sangat bergantung pada proses preparasinya. Untuk menghasilkan bahan Barium Heksaferrit, dapat disintesis menggunakan beberapa

metode yang telah dikembangkan, diantaranya kristalisasi dari kaca, mekano-kimia, metalurgi serbuk (*mechanical alloying*), mekanik paduan sol-gel, aerosol dan kopresipitasi. [4] Barium heksaferrit tipe W yang merupakan bahan magnet permanen dapat diaplikasikan sebagai material absorber. Sifat magnetik, terutama koersivitas pada magnet permanen sangat tergantung pada ukuran butir [5], dan nilai koersivitas yang rendah dibutuhkan untuk dijadikan sebagai material absorber [6], maka untuk mereduksi sifat anisotropik dan memperkecil nilai koersivitas diperlukan substitusi atom lain yang dapat mengacaukan arah momen magnetik karena munculnya substitusi atom lain.

Ion-ion ferrit pada barium heksaferrit sebagian dapat disubstitusikan oleh ion-ion bivalen seperti Co^{2+} , Ti^{4+} dan Mn^{2+} . Substitusi dapat mengubah anisotropi magnetik dari uniaxial menjadi planar. Selain itu, substitusi juga mengubah permetivitas dielektrik dan permeabilitas magnetiknya.

Pada penelitian ini akan disintesis barium heksaferrit tipe W yang akan disubstitusikan ion Co dan ion Ti dengan menggunakan metode *mechanical alloying* dan akan diamati perubahan struktur fasa kristal dari material barium Heksaferrit tipe W $\text{BaCoTiFe}_{16-2x}\text{Co}_x\text{Ti}_x\text{O}_{27}$ dengan menggunakan pengujian *X-Ray Diffraction*.

2. Metode Penelitian

Substitusi Co-Ti pada barium heksaferrit tipe W dengan komposisi $\text{BaCoTiFe}_{16-2x}\text{Co}_x\text{Ti}_x\text{O}_{27}$ ($x = 0$ dan 0.1) dilakukan dengan metode *mechanical alloying*, preparasi sampel menggunakan bahan-bahan utama BaCO_3 , Fe_2O_3 , Co_3O_4 , dan TiO_2 dimilling dalam keadaan *wet milling*. *Mixing* atau milling bahan-bahan utama dilakukan dengan menggunakan *high energy ball mill* dengan media toluena selama 1 jam, komposisi bahan utama seberat ± 4 gram dimasukkan ke dalam vial dan ditambahkan *ball mill* dengan massa *ball mill* seberat 4,127 gram, perbandingan komposisi utama dengan *ball mill* adalah 1:10 dan ditambahkan toluena kedalam vial, setelah itu serbuk hasil proses milling dikeringkan dengan menggunakan *hot plate* sampai sampel menjadi kering karena sampel hasil milling dalam keadaan basah, selanjutnya dilakukan proses kalsinasi sampel pada suhu 750°C ditahan selama 3 jam, proses kalsinasi dilakukan untuk menghilangkan karbon yang masih terkandung dalam material, melepaskan gas-gas dalam bentuk karbonat atau hidroksida sehingga menghasilkan serbuk dalam bentuk oksida, serbuk yang telah dikalsinasi tersebut kemudian dicetak dengan tekanan 5 ton/cm^2 dengan cetakan berdiameter 20 mm menggunakan kompaktor hidrolik. Sampel yang berbentuk pellet diletakkan diatas alumina untuk dimasukkan ke dalam furnace untuk disintering. Proses sintering dilakukan pada suhu 1100°C ditahan selama 3 jam, proses ini dilakukan untuk mengaktifasi sampel dan

memperkuat ikatan antar serbuk. Material hasil sintering terdapat pada gambar 1, material yang terbentuk adalah material $\text{BaCoTiFe}_{16}\text{O}_{27}$ dan material $\text{BaCoTiFe}_{15.8}\text{Co}_{0.1}\text{Ti}_{0.1}\text{O}_{27}$.

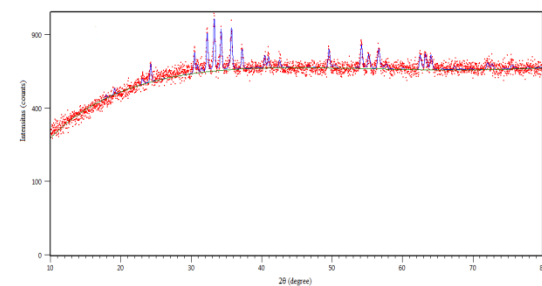
Material magnetik yang telah terbentuk dan melewati proses sintering selanjutnya dikarakterisasi menggunakan *X-Ray Diffraction* (XRD) pada 2θ dari 20° hingga 80° dengan *step scan* $0,02^\circ$ menggunakan radiasi $\text{CuK}\alpha$. Data hasil pengujian XRD berupa grafik puncak intensitas terhadap sudut 2θ . Data XRD dapat digunakan sebagai penentuan unsur, perhitungan ukuran kristal, penentuan struktur kristal dan penentuan komposisi unsur atau senyawa.



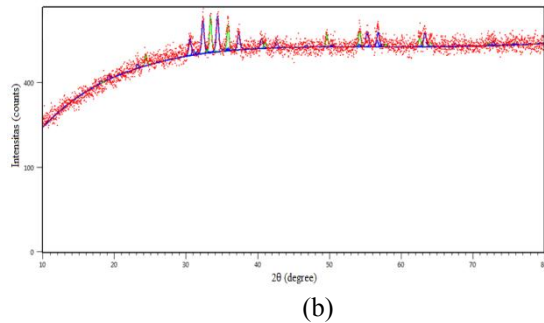
Gambar 1. Material hasil sintering (a) material $\text{BaCoTiFe}_{16}\text{O}_{27}$ dan (b) $\text{BaCoTiFe}_{15.8}\text{Co}_{0.1}\text{Ti}_{0.1}\text{O}_{27}$

3. Hasil dan Pembahasan

Pembentukan fasa barium heksaferrit yang tersubstitusi dengan ion Co dan Ti dengan metode *mechanical alloying* dengan diberikan perlakuan panas atau disintering pada suhu 1100°C ditahan selama 3 jam membentuk material $\text{BaCoTiFe}_{16}\text{O}_{27}$ dan material $\text{BaCoTiFe}_{15.8}\text{Co}_{0.1}\text{Ti}_{0.1}\text{O}_{27}$, untuk dapat menganalisa fasa pada sampel yang telah melalui proses pemanasan, maka dilakukan pengujian karakterisasi sampel dengan menggunakan peralatan *X-ray Diffractometer* yang kemudian dianalisa secara kualitatif dan secara kuantitatif. Analisa kualitatif digunakan untuk mengidentifikasi fasa dan analisa kuantitatif untuk menghitung parameter kisi dan ukuran butir kristal. Proses analisa tersebut dilakukan dengan cara mencocokkan data hasil pengukuran difraksi yang didapat dari sampel dengan data hasil difraksi sinar X yang terdapat pada *software* aplikasi *High Score Plus* dengan data referensi ICSD.



(a)



Gambar 2. Hasil difraksi (a) material $BaCoTiFe_{16}O_{27}$ dan (b) $BaCoTiFe_{15.8}Co_{0.1}Ti_{0.1}O_{27}$

Gambar 2 menunjukkan hasil pola difraksi fasa yang terbentuk yaitu (a) $BaCoTiFe_{16}O_{27}$ sebagai fasa heksaferrit dan (b) $BaCoTiFe_{15.8}Co_{0.1}Ti_{0.1}O_{27}$ sebagai fasa heksaferrit yang telah termodifikasi dengan mensubstitusi ion Fe^{3+} dengan ion Co^{2+} dan ion Ti^{4+} . Identifikasi fasa pada material tersebut menghasilkan beberapa puncak tertinggi, hasil identifikasi fasa menunjukkan pada kedua pola difraksi terbentuk fasa $BaCoTiFe_{16}O_{27}$ dan terdapat fasa lain yang terbentuk yaitu fasa hematite (Fe_2O_3). Hasil grafik XRD menunjukkan fasa tersubstitusi Co-Ti memiliki pola difraksi yang sama dengan pola difraksi fasa tanpa substitusi Co-Ti.

Tabel 1. Nilai parameter kisi, ukuran butir, volume unit cell dan densitas dari perhitungan XRD

Fasa Material		$BaCoTiFe_{16}O_{27}$	$BaCoTiFe_{15.8}Co_{0.1}Ti_{0.1}O_{27}$
Parameter kisi (Å)	a	5.886	5.894
	b	5.886	5.894
	c	23.236	23.257
Ukuran Butir (nm)		48.4	25.63
Volume unit cell (Å ³)		697.22	699.59
Densitas (g/cm ³)		5.29	5.28

Berdasarkan Tabel 1 hasil perhitungan XRD fasa $BaCoTiFe_{16}O_{27}$ memiliki ukuran butir 48.4 nm dan fasa $BaCoTiFe_{15.8}Co_{0.1}Ti_{0.1}O_{27}$ memiliki ukuran butir 25.63 nm. Ukuran butir pada fasa yang telah tersubstitusi lebih kecil dari ukuran butir tanpa substitusi atom lain, ukuran butir berpengaruh pada nilai koersivitas material, semakin kecil ukuran butir maka nilai koersivitas semakin rendah.

Dari tabel 1 terlihat bahwa nilai parameter kisi yang didapatkan pada fasa tanpa substitusi Co-Ti memiliki nilai $a=b=5.886$ Å dan $c=23.236$ Å, sedangkan fasa dengan substitusi Co-Ti memiliki nilai $a=b=5.894$ Å dan $c=23.257$ Å. Nilai parameter kisi referensi pada database ICSD 98-006-0986 yaitu nilai $a=b=5.865$ Å dan $c=23.099$ Å. Hasil nilai parameter kisi untuk fasa tanpa substitusi dan fasa tersubstitusi memiliki nilai $a=b$ yang hampir sama, tetapi terjadi

peningkatan pada nilai c. Perbandingan nilai parameter kisi masing-masing fasa dengan nilai parameter kisi referensi terdapat peningkatan pada nilai c dan nilai yang hampir sama pada nilai a dan b. Dengan bertambahnya nilai parameter kisi terutama pada sumbu axialnya maka akan merubah volume unit cell yang semakin besar pada fasa tersubstitusi.

Pada tabel 1 Volume unit cell fasa tidak tersubstitusi 697.22 Å³ dan volume unit cell fasa tersubstitusi 699.59 Å³. Nilai volume unit cell mengalami kenaikan 2,37 Å³ pada fasa tersubstitusi, perubahan volume ini akan berpengaruh pada nilai anisotropi kristal pada material tersebut. Perubahan volume unit cell dapat disebabkan karena adanya perbedaan jari-jari atomik pada bahan yang disubstitusi.

Densitas material $BaCoTiFe_{16}O_{27}$ memiliki nilai 5.29 g/cm³ sedangkan densitas referensi dengan perhitungan menggunakan metode archimedes didapatkan nilai 4.90 g/cm³ dan untuk material $BaCoTiFe_{15.8}Co_{0.1}Ti_{0.1}O_{27}$ memiliki nilai 5.28 g/cm³ sedangkan densitas referensi dengan perhitungan menggunakan metode archimedes juga didapatkan nilai 4.90 g/cm³. Nilai densitas pada fasa tanpa substitusi dengan nilai densitas pada fasa dengan substitusi Co-Ti memiliki nilai yang sama.

4. Kesimpulan

Telah berhasil dilakukan sintesis melalui $BaCoTiFe_{16}O_{27}$ metode *mechanical alloying* dengan perlakuan panas pada proses kalsinasi serta proses sintering, pada hasil-hasil penelitian yang telah dijabarkan maka dapat disimpulkan bahwa substitusi Ion Fe^{3+} dengan menggunakan ion Co^{2+} dan Ti^{4+} pada material $BaCoTiFe_{16}O_{27}$ dapat menyebabkan perubahan parameter kisi kristal terutama pada nilai axis c dari $c=23.236$ Å menjadi $c=23.099$ Å. Penurunan ukuran butir menjadi lebih kecil pada fasa material tersubstitusi yang dapat berpengaruh pada nilai koersivitas bahan dan perubahan nilai volume unit cell berpengaruh pada nilai anisotropi kristal, untuk mengetahui perubahan nilai koersivitas bahan dan perubahan nilai anisotropi kristal dapat dilakukan pengujian sifat kemagnetan bahan pada penelitian selanjutnya.

Ucapan Terimakasih

Ucapan terimakasih disampaikan kepada PLP Laboratorium Fisika Universitas Negeri Jakarta atas bantuan dalam penggunaan peralatan yang digunakan selama proses penelitian dan kepada PLP Laboratorium Fisika Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Syarif hidayatullah Jakarta atas bantuan pada saat pengukuran *X-Ray Diffractometer*.

Daftar Acuan

Jurnal

- [1] L. Wang, Q. Zhang, *Effect of Fe³⁺/ Ba²⁺ mole ration on the phase format and microwave properties of BaFe₁₂O₁₉ prepared by citrate EOTA complexing method*, J. Alloy Compd. 469 (2009) 251-257.
- [2] Kajal, K. Mallick, P., Shephered, Roger J., Green. 2007. *Dielectric properties of M-type barium hexaferrite prepared by co-precipitation*, Journal of the European Ceramic Society Vol. 27, pp 2045-2052.

Skripsi

- [3] Fitrothul. K, Qodri. 2012 *Efek Substitusi Parsial Ion La Pada Material Sistem La_xSr_{1-x}O₆(Fe_{1,5}Mn_{0,25}Ti_{0,25}O₃) Terhadap Sifat Absorpsi Gelombang Mikro*. Tesis, FMIPA, Universitas Indonesia.

Jurnal

- [4] C. Sudakkar, G.N., Subanna, T R N., Kutty, 2003. *Nanoparticle composit having structural intergrowth of hexaferrite and spinel ferrite prepared by gel to crystallite conversions and their magnetic properties*, J.Magn. Magn. Materials/ 263.253-268.
- [5] Gramatyk, P, dkk. 2006. *Soft magnetic composite based on nanocrystalline Fe_{73.5}Cu₁Nb₃Si_{13.5}B₉ and Fe powders*. Journal of Achievement Materials and Manufacturing aengineering.
- [6] Ghasemi.A. dkk. 2005. *Electromagnetic properties and microwave absorbing characteristics of doped barium hexaferrite*. Journal of Magnetism and Magnetic Materials 302 (2006) 429–435.