

## SINTESIS NANOPARTIKEL FERIT UNTUK BAHAN PEMBUATAN MAGNET *DOMAIN* TUNGGAL DENGAN *MECHANICAL ALLOYING*

Suryadi<sup>1</sup>, Budhy Kurniawan<sup>2</sup>, Hasbiyallah<sup>1</sup>, Agus S. W.<sup>1</sup> dan Nurul T. R.<sup>1</sup>

<sup>1</sup>Pusat Penelitian Fisika (P2F) – LIPI

Kawasan Puspiptek Serpong Tangerang 15314

<sup>2</sup>Departemen Fisika-FMIPA, Universitas Indonesia

Kampus Baru Depok 16242

e-mail : suryadi\_sun@yahoo.com

### ABSTRAK

**SINTESIS NANOPARTIKEL FERIT DENGAN PROSES *MILLING* UNTUK BAHAN PEMBUATAN MAGNET *DOMAIN* TUNGGAL.** Studi sintesis nanopartikel ferit untuk bahan pembuatan magnet *domain* tunggal dengan menggunakan metode *milling* dari bahan *scrap* magnet telah dilakukan. Preparasi sampel dilakukan menggunakan *disk mill* yang dilanjutkan dengan menggunakan *High Energy Ball mill (HEM-E3D)* dengan waktu *milling* 5 jam, 10 jam dan 20 jam. Sampel tersebut selanjutnya dikarakterisasi menggunakan *X-Ray Fluorescence (XRF)*, *X-Ray Diffractometer (XRD)* dan *Scanning Electron Microscope (SEM)*. Hasil karakterisasi *XRF* yang dikonfirmasi dengan hasil analisis *XRD* menunjukkan bahwa sampel magnet adalah stronsium ferit. Hasil analisis strukturmikro memperlihatkan terjadinya proses penghalusan ukuran partikel ferit dengan bertambahnya waktu *milling*. Partikel berukuran nanometer berhasil diperoleh, meskipun distribusinya tidak homogen. Hasil karakterisasi sifat magnetik dari sampel hasil *milling* yang kemudian *disintering* menunjukkan peningkatan daerah kurva histeresis pada sampel dengan waktu *milling* yang lebih lama.

**Kata kunci :** Stronsium Ferit, Nanopartikel, *Milling*, Magnet *domain* tunggal

### ABSTRACT

**SYNTHESIS OF FERRITE NANOPARTICLE BY MILLING PROCESS FOR PREPARATION OF SINGLE DOMAIN MAGNET.** Study of ferrite nanoparticle synthesis for preparation of single domain magnet by milling of scrap magnet material have been done. Sample preparation were done using disk mill continued with high energy milling (HEM). Some powder were taken after 5, 10 dan 20 hours milling using HEM-E3D. The powder were then characterized using X-Ray Fluorescence (XRF), X-Ray Diffractometer (XRD) and Scanning Electron Microscope (SEM). XRF characterization result, confirmed by XRD analysis result, showed that the sample are of Strontium ferrite phase. Microstructure analysis result showed the occurrence of grain refining process of ferrite particle with increasing of milling time. Particle having size of nanometers successfully obtained, although in unhomogeneous distribution. Magnetic properties characterization result showed the increasing of hysteresis curve area of sample for longer milling time and sintering process.

**Key words :** Strontium Ferrite, Nanoparticle, Milling, Single domain magnet

### PENDAHULUAN

Ferit adalah material magnet yang sudah sangat dikenal dan banyak digunakan. Magnet berbahan dasar ferit dapat dengan mudah dijumpai pada berbagai peralatan elektronika, pembangkit listrik dan sensor. Sebagai bahan dasar pembuatan magnet, ferit memiliki harga yang relatif murah, stabilitas fisika dan kimia yang baik dan bahan baku cukup mudah diperoleh.

Magnet permanen yang kuat tersusun dari partikel-partikel magnetik yang membentuk magnet

menjadi besar. Namun, apabila partikel magnet penyusunnya terlalu besar, maka secara alami magnet dari partikel tersebut akan membentuk *multidomain*.

Hal ini mengakibatkan munculnya medan yang berlawanan dengan medan utama, sehingga menurunkan kekuatan magnet secara keseluruhan. Dengan membuat magnet yang berstruktur *domain* tunggal, kekuatan magnet yang terbentuk dapat lebih optimal. Magnet komposit yang memiliki *domain* tunggal dan arah kristal yang terorientasi dipercaya dapat menghasilkan kuat

magnet yang melebihi nilai maksimum dari nilai teoritis magnet itu sendiri[1-3].

Efek ukuran butir kristal terhadap *domain* magnet yang terbentuk telah dipelajari oleh peneliti sebelumnya. Butir kristal BiMn yang berukuran kecil dan menyebar memiliki *domain* yang lebih searah, dibanding butir kristal yang berukuran besar [4]. Hal ini menunjukkan bahwa untuk mendapatkan *domain* tunggal, diperlukan butiran kristal berukuran nanometer.

Partikel ferit berukuran kurang dari 1  $\mu\text{m}$  telah menarik banyak perhatian karena sifat yang unik dan unggul. Dengan aktifitas permukaan yang tinggi akibat ukuran partikel yang kecil dan luas permukaan yang besar, partikel ferit banyak dipakai sebagai media perekam, pigmen, penyerap gelombang mikro, sensor dan katalis [5].

PT. NEOMAX Indonesia adalah produsen magnet jenis ferit yang diaplikasikan untuk motor atau generator listrik. Perusahaan ini menghasilkan limbah berupa magnet yang tidak lulus uji kualitas dalam jumlah cukup banyak serta belum dimanfaatkan dengan optimal. Penelitian ini difokuskan pada pemanfaatan limbah tersebut untuk sintesis nanopartikel ferit yang diharapkan dapat dimanfaatkan sebagai bahan pembuatan magnet *domain* tunggal, dengan menggunakan metode *milling*.

## METODE PERCOBAAN

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah magnet yang tidak lulus uji kualitas produksi PT. NEOMAX. Bahan tersebut pada awalnya dihaluskan dengan menggunakan fasilitas *disk mill* selama 30 menit. Bubuk ferit yang dihasilkan selanjutnya dihaluskan menggunakan fasilitas *High Energy Ball Mill (HEM-E3D)*. Bola yang digunakan dalam proses *milling* adalah bola-bola baja krom berukuran 1/3 inchi dengan perbandingan berat bola dan bahan (BPR) = 1:5. Pengambilan sampel dilakukan untuk waktu *milling* 0,5 jam, 5 jam, 10 jam dan 20 jam.

Sampel yang diperoleh selanjutnya disintering pada suhu 1100 °C dan 1200 °C. Bubuk hasil *miling* dan sampel hasil *sintering* dikarakterisasi menggunakan *X-Ray Diffractometer (XRD)* merk *Philips* tipe *PW3710* dan *X-Ray Fluorescence (XRF) Element Analyzer* merk *JEOL* tipe *JSX-3211*. Strukturmikro dari sampel diamati menggunakan *Scanning Electron Microscope (SEM) JEOL* tipe *JSM-5310*. Karakterisasi sifat magnetik sampel dilakukan menggunakan *Magnetometer Permeagraph Magnet-Physik Dr. Steingroever GmbH*.

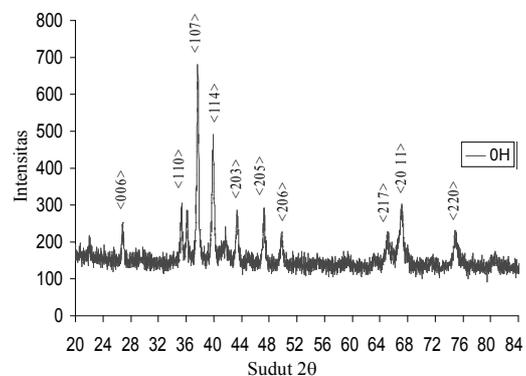
## HASIL DAN PEMBAHASAN

Hasil analisis *XRF* menunjukkan bahwa sampel magnet memiliki dua jenis senyawa dengan persentase fraksi berat yang cukup besar yaitu  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  (88,15%) dan SrO (10,23%) sehingga diduga sampel yang diteliti

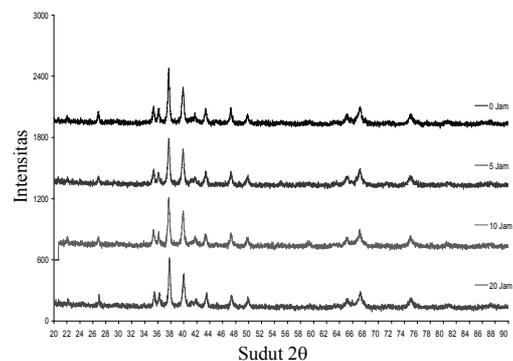
merupakan senyawa stronsium ferit. Selain itu hasil analisis *XRF* juga memunculkan senyawa dengan persentase fraksi berat yang cukup kecil yaitu CaO (0,45%) dan  $\text{CrO}_3$  (1,13%). Hasil analisis *XRD* memperlihatkan puncak-puncak pada pola difraksi sampel magnet memiliki kesesuaian dengan puncak-puncak pada pola difraksi  $\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$ , sebagaimana ditunjukkan oleh Gambar 1.

Gambar 2 menunjukkan pola difraksi sampel sebelum *milling* dengan menggunakan *HEM* serta sampel yang telah mengalami *milling* selama 5 jam, 10 jam dan 20 jam. Pola difraksi sampel sebelum *milling* telah menunjukkan keberadaan puncak-puncak stronsium ferit. Sampel dari bahan *scrap* magnet yang sudah berfasa kristalin tetap bertahan pada fasa tersebut setelah mengalami penghalusan dengan *disk mill* selama 30 menit. Gambar 2 juga menunjukkan bahwa seiring penambahan waktu *milling* tidak terjadi penurunan dan pelebaran puncak yang signifikan. Pada waktu *milling* yang lebih lama diduga efek tersebut akan lebih terlihat dengan jelas.

Sampel yang telah disinter menunjukkan perubahan pola difraksi yang cukup signifikan terhadap sampel yang belum disinter. Gambar 3 menunjukkan pola difraksi sampel hasil *milling* 5 jam sebelum dan sesudah disinter. Sampel yang sudah disinter memiliki pola difraksi dengan puncak-puncak yang lebih ramping. Hal ini menunjukkan sampel yang pada proses *milling* mengalami penghancuran, mulai mengalami

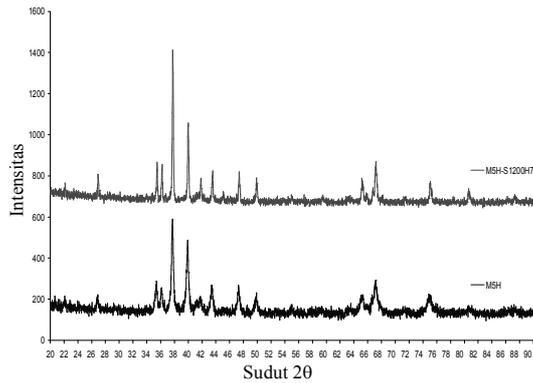


Gambar 1. Pola difraksi sampel ferit sebelum di *milling* dengan menggunakan *HEM*



Gambar 2. Evolusi pola difraksi sampel sebelum dan sesudah *milling* 5 jam, 10 jam dan 20 jam

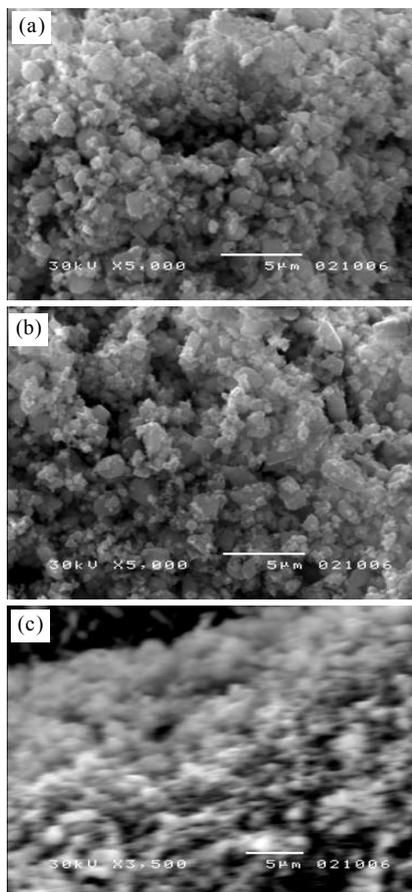
Sintesis Nanopartikel Ferit dengan Proses Milling untuk Bahan Pembuatan Magnet Domain Tunggal (Suryadi)



Gambar 3. Pola difraksi sampel hasil *milling* 5 jam sebelum dan sesudah *sintering* pada suhu 1200 °C selama 7 jam

penumbuhan kristal kembali selama proses *sintering*. Efek yang sama juga terlihat pada sampel hasil *milling* 10 jam dan 20 jam.

Gambar 4 menunjukkan hasil SEM ferit yang belum *dimilling* menggunakan *disk mill* (Gambar 4a) dan telah *dimilling* menggunakan HEM (Gambar 4b dan Gambar 4c). Dari gambar tersebut terlihat bahwa sampel yang *dimilling* hanya dengan *disk mill* memiliki distribusi ukuran yang tidak homogen. Namun setelah *dimilling* menggunakan HEM selama 5 jam terlihat bahwa



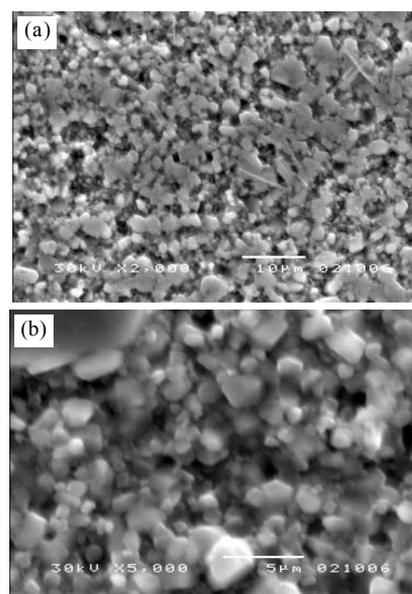
Gambar 4. Hasil SEM ferit : a). 0,5 jam *milling* (*diskmill*) perbesaran 5000 kali, b). 5 jam (HEM) perbesaran 5000 kali dan c). 20 jam (HEM) perbesaran 3500 kali

distribusinya sedikit lebih baik. Secara umum seiring bertambahnya waktu *milling* terlihat ukuran partikel yang lebih halus meski pada sampel yang *dimilling* selama 20 jam gambar yang diambil kurang tajam, namun kecenderungan tersebut dapat dilihat.

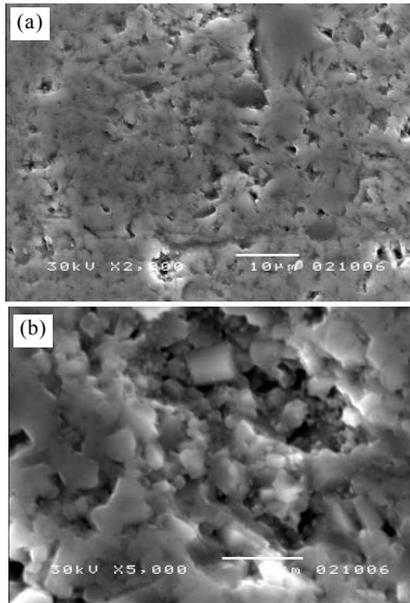
Setelah *disinter*, sampel yang *dimilling* menggunakan *disk mill* selama 0,5 jam memperlihatkan penumbuhan butiran kristal dengan distribusi ukuran yang tidak homogen. Dari Gambar 5 terlihat partikel berwarna terang dengan ukuran yang kecil dalam jumlah yang tidak terlalu banyak dikelilingi oleh partikel berwarna gelap dengan ukuran yang besar. Terlihat pula bahwa partikel yang lebih terang terpisah dari partikel yang berwarna gelap, terbukti bahwa sebagian besar partikel masih memperlihatkan bentuk geometri awalnya. Hal ini menunjukkan bahwa difusi yang seharusnya terjadi selama *sintering* kurang berjalan sempurna. Akibatnya, masing-masing partikel berdiri sendiri-sendiri dan tidak terjadi ikatan kimia.

Kondisi yang berbeda terjadi untuk sampel yang *dimilling* menggunakan HEM selama 5 jam. Gambar 6 memperlihatkan hasil *milling* sampel menggunakan HEM. Setelah *milling* selama 5 jam yang dilanjutkan dengan *sintering*, terlihat bahwa sebagian besar butiran partikel telah bercampur dan bereaksi, meskipun ada sebagian kecil butiran partikel yang masih berdiri sendiri. Namun butiran partikel setelah *disinter* terlihat tumbuh jauh lebih besar dibandingkan sebelum *disinter*. Hal ini terlihat dari luasnya area yang dicakup oleh batas-batas butiran.

Hasil *milling* sampel menggunakan HEM selama 10 jam, yang dilanjutkan dengan *sinter* menggunakan parameter yang sama dengan *milling* selama 5 jam ditunjukkan oleh Gambar 7. Dari Gambar 7 tersebut terlihat bahwa butiran partikel yang dihasilkan lebih kecil

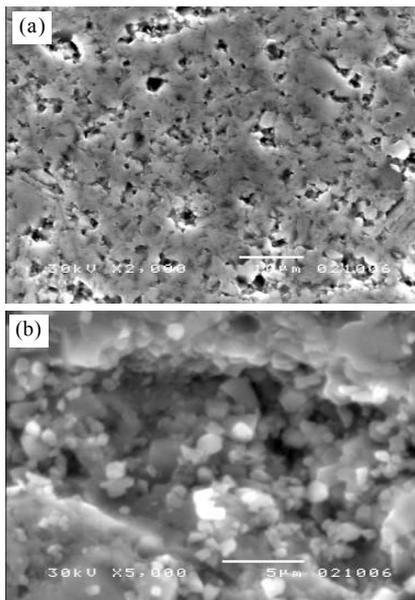


Gambar 5. Ferit hasil *milling* menggunakan *diskmill* 0,5 jam dan *sintering* 1100 °C selama 7 jam : a). Perbesaran 2000 kali dan b). Perbesaran 5000 kali

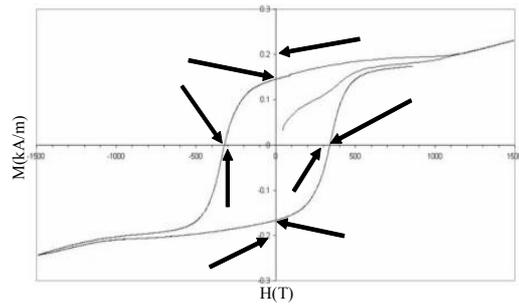


**Gambar 6.** Ferit hasil *milling* HEM 5 jam dan *sintering* 1200 °C selama 8 jam : a). Perbesaran 2000 kali dan b). Perbesaran 5000 kali

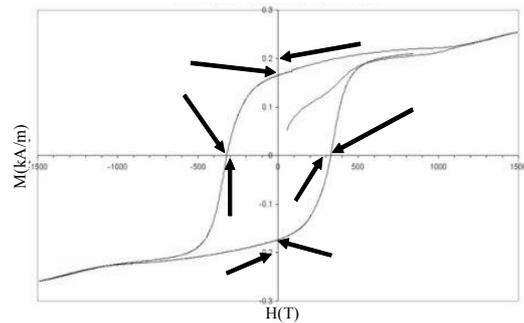
dibandingkan dengan butiran partikel hasil *milling* 5 jam. Terlihat pula bahwa masih ada sedikit partikel berwarna terang yang belum bercampur. Namun dibandingkan dengan hasil *milling* selama 5 jam, jumlah partikel terang yang tidak bercampur tersebut lebih sedikit, dengan ukuran yang lebih kecil pula. Disamping itu hasil *sintering* sampel yang telah *dimilling* selama 10 jam memiliki butiran yang lebih kecil daripada sampel yang *dimilling* selama 5 jam. Variabel waktu *milling* yang lebih lama mempengaruhi ukuran partikel yang dihasilkan menjadi lebih kecil, selanjutnya



**Gambar 7.** Ferit hasil *milling* HEM 10 jam dan *sintering* 1200 °C selama 8 jam : a). Perbesaran 2000 kali dan b). Perbesaran 5000 kali



**Gambar 8.** Kurva histeresis SrFe<sub>12</sub>O<sub>19</sub> hasil *milling* 5 jam dan *sinter* 1200 °C selama 8 jam



**Gambar 9.** Kurva histeresis SrFe<sub>12</sub>O<sub>19</sub> hasil *milling* 10 jam dan *sinter* 1200 °C selama 8 jam

mempengaruhi besar butir pada sampel setelah *disintering* menjadi lebih kecil.

Gambar 8 dan Gambar 9 menunjukkan kurva histeresis sampel yang *dimilling* dengan HEM selama 5 jam dan 10 jam, kemudian *disinter* dengan parameter yang sama. Secara sepintas kedua kurva tersebut memang tidak menunjukkan perbedaan yang signifikan. Kurva tersebut memotong sumbu x pada nilai H yang tidak terlalu berbeda. Namun bila diperhatikan lebih seksama, perpotongannya dengan sumbu y yang merepresentasikan nilai B cukup berbeda. Sampel yang *dimilling* selama 10 jam memiliki titik potong dengan sumbu y yang lebih tinggi, sehingga daerah yang dicakupnya lebih besar. Daerah kurva histeresis yang lebih besar berkaitan dengan energi disipasi yang lebih besar. Energi disipasi yang lebih besar menunjukkan sifat yang lebih sesuai untuk aplikasi magnet permanen.

## KESIMPULAN

Dari pemaparan yang disampaikan di atas dapat diambil beberapa kesimpulan, sebagai berikut :

1. Dari proses *milling* yang telah dilakukan terlihat dari struktur mikro terjadi pengurangan ukuran partikel meskipun belum cukup homogen. Penambahan pada variabel waktu *milling* diduga dapat memperlihatkan hasil yang lebih signifikan.
2. Sampel dengan waktu *milling* yang lebih lama setelah *disintering* menghasilkan sampel dengan butir yang lebih kecil.

3. Sampel dengan waktu *milling* yang lebih lama setelah *disintering* memberikan pengaruh pada peningkatan luas daerah pada kurva histeresisnya.

#### **DAFTAR ACUAN**

- [1]. R. SKOMSKY and J. M. D. COEY, *Phys. Rev. B* **48**, 15 (1993) 812
- [2]. R. SKOMSKY and J. M. D. COEY, *IEEE Trans. Magn.*, **29** (1993) 2860
- [3]. J. M. D. COEY and R. SKOMSKY, *Phys. Scr.*, **T49** (1993) 315
- [4]. HIDEYUKI YASUDA, ITSUO OHNAKA, YASUTAKA YAMAMOTO, AGUS SUKARTO WISMOGROHO, NOBUHIRO TAKEZAWA and KOHJI KISHIO, *Materials Transactions*, **44** (2003) 2550
- [5]. M. BAHGAT, F.E. FARGHALY, S.M. ABDEL BASIR and O.A. FOUAD, *Journal of Materials Processing Technology*, **183** (2007) 117-121