

PENGARUH KOMPOSISI TERHADAP SIFAT MAGNETIK DARI SERBUK FERIT Mn-Zn

Bambang Sunendar dan Hangga Guna Dharma

Jurusan Teknik Fisika, FMIPA - ITB

Jl. Ganesha No. 10, Bandung 40132

ABSTRAK

PENGARUH KOMPOSISI TERHADAP SIFAT MAGNETIK DARI SERBUK FERIT Mn-Zn.

Penggunaan magnet lunak ferit Mn-Zn untuk berbagai aplikasi telah banyak dilakukan. Dibandingkan dengan material magnetik lainnya, ferit Mn-Zn yang disintesis dari MnO_2 , ZnO, dan Fe_2O_3 memiliki keunggulan berupa kemudahan untuk dimagnetisasi dan didemagnetisasi. Pada penelitian ini, dilakukan sintesis serbuk ferit Mn-Zn dengan variasi komposisi 0,75 MnO 0,25 ZnO Fe_2O_3 , 0,25MnO 0,75 ZnO Fe_2O_3 , dan 0,5 MnO 0,5 ZnO Fe_2O_3 . Setelah dihasilkan serbuk ferit Mn-Zn, dilakukan karakterisasi terhadap serbuk ferit Mn-Zn tersebut. Berdasarkan hasil analisis XRD, diketahui bahwa fasa ferit Mn-Zn telah terbentuk untuk seluruh variasi komposisi. Karakterisasi dengan SEM menunjukkan bahwa serbuk dengan komposisi 0,5 MnO 0,5 ZnO Fe_2O_3 memiliki distribusi ukuran partikel yang paling kecil dibandingkan dengan komposisi lainnya dan kurva histeresis yang dihasilkan telah menunjukkan bahwa ferit Mn-Zn dengan komposisi ini menghasilkan nilai magnetisasi yang paling besar dibandingkan komposisi lainnya. Berdasarkan hasil pengujian yang telah dilakukan, dapat disimpulkan bahwa komposisi 0,5 MnO 0,5 ZnO Fe_2O_3 merupakan komposisi optimum untuk menghasilkan ferit Mn-Zn yang memiliki sifat magnet lunak yang baik.

Kata kunci : Ferit Mn-Zn , Histeresis, XRD, SEM, Magnet lunak

ABSTRACT

THE EFFECT OF COMPOSITION ON MAGNETIC PROPERTIES FROM Mn-Zn FERRITE

POWDER. The use of Mn-Zn Ferrite soft magnet for much application has been widely applied. Compared to other magnetic materials, Mn-Zn Ferrite synthesized from MnO_2 , ZnO, and Fe_2O_3 is more superior since it can be easily magnetized or demagnetized. In this research, synthesis of Mn-Zn Ferrite powder was done by varying the composition into 0.75 MnO 0.25 ZnO Fe_2O_3 , 0.25 MnO 0.75 ZnO Fe_2O_3 , and 0.5 MnO 0.5 ZnO Fe_2O_3 . After Mn-Zn Ferrite powder was acquired, characterizations were carried out. Based on the XRD result, it was identified that Mn-Zn Ferrite phase had been formed for each composition. The SEM characterization showed that 0.5 MnO 0.5 ZnO Fe_2O_3 sample has the smallest particle size distribution compared to others. The hysteresis curve also showed that this composition has the highest magnetization value compared to others. Based on this research, it can be concluded that composition of 0.5 MnO 0.5 ZnO Fe_2O_3 is the optimum composition to yield an Mn-Zn Ferrite with good soft magnetic properties.

Key words : Mn-Zn Ferrite, Hysteresis, XRD, SEM, Soft magnet

PENDAHULUAN

Ferit merupakan material keramik yang berwarna abu-abu gelap atau hitam. Material ini memiliki kekerasan yang sangat tinggi, bersifat getas dan stabil secara kimia. Kebanyakan ferit lunak modern yang bersifat magnetik memiliki struktur *spinel* kubik [1,5,7]

Komposisi umum dari material ferit yang seperti disebutkan di atas adalah $MeFe_2O_4$ dimana Me mewakili salah satu atau beberapa logam transisi bervalensi dua seperti Mangan (Mn), Zinc (Zn), Nikel (Ni), Cobalt (Co), Tembaga (Cu), Besi (Fe) atau Magnesium (Mg) [1,5,8,9,15]

Kombinasi logam bervalensi dua yang paling populer adalah Mangan dan Zinc (Mn-Zn) atau Nikel dan Zinc (Ni-Zn). Senyawa-senyawa ini menghasilkan sifat-sifat magnetik yang baik dibawah suhu tertentu, yang disebut suhu *Curie* (T_c). Material ini dapat dengan mudah dimagnetisasi dan memiliki resistivitas intrinsik yang cenderung tinggi. Material ini dapat digunakan sampai frekuensi yang sangat tinggi tanpa harus dilaminasi, dimana laminasi sendiri lazim dibutuhkan untuk logam magnetik [6,7]

Ferit Ni-Zn memiliki resistivitas yang sangat tinggi dan paling cocok untuk frekuensi diatas 1 MHz.

Ferit Mn-Zn menghasilkan permeabilitas (μ_r) dan tingkat saturasi induksi (B_s) yang lebih tinggi dan cocok untuk frekuensi sampai 3 MHz. Untuk aplikasi-aplikasi khusus, ferit kristal tunggal dapat diproduksi, akan tetapi kebanyakan material ferit diproduksi dalam bentuk keramik polikristalin. Aplikasi dari ferit Mn-Zn ini antara lain sebagai material sensor seperti untuk sensor kelembaban [11,12]

Pada penelitian yang dilakukan, serbuk ferit Mn-Zn telah dibuat dalam berbagai variasi komposisi dengan menggunakan teknologi pemrosesan serbuk keramik konvensional. Selanjutnya serbuk ferit Mn-Zn dikarakterisasi dengan menggunakan XRD untuk mengidentifikasi fasa yang terbentuk, SEM untuk melihat morfologi dan distribusi ukuran partikel, dan peralatan Remacomp untuk mendapatkan kurva histeresis bagi tiap-tiap komposisi [2,3,14].

METODE PERCOBAAN

Untuk mensintesis serbuk ferit Mn-Zn ini digunakan bahan-bahan dasar utama berupa serbuk oksida logam dengan tingkat kemurnian tinggi seperti serbuk MnO_2 (kemurnian = 90%), ZnO (kemurnian 99 %) dan Fe_2O_3 (kemurnian 99 %) agar serbuk ferit Mn-Zn yang didapat memiliki kadar pengotor yang rendah sehingga sifat magnetik yang dihasilkan akan baik.

Preparasi

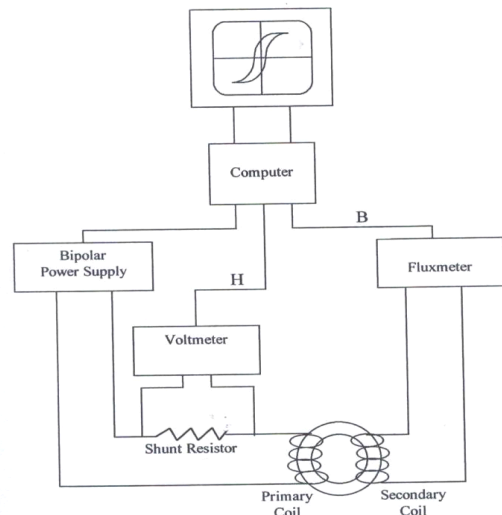
Serbuk MnO_2 , ZnO , dan Fe_2O_3 ditakar sesuai dengan komposisi ferit Mn-Zn yang ingin diperoleh. Variasi komposisi yang ingin diperoleh adalah $0,75 MnO, 0,25 ZnO Fe_2O_3$, $0,25 MnO, 0,75 ZnO Fe_2O_3$, dan $0,5 MnO, 0,5 ZnO Fe_2O_3$. Serbuk-serbuk tadi lalu dicampur dengan menggunakan metode *wet-ball milling* di dalam medium alkohol dan dikeringkan pada suhu $100^\circ C$ selama 2 jam untuk menguapkan alkohol dan air yang terdapat di dalam campuran serbuk tersebut.

Campuran serbuk tersebut lalu di-sinter di dalam tungku vakum untuk menghasilkan produk yang mengalami defisiensi oksigen agar tercipta *defect* yang menyebabkan ferit Mn-Zn bersifat sebagai magnet lunak. Pemanasan pertama kali dilakukan dari suhu kamar sampai $600^\circ C$ dengan laju pemanasan $5^\circ C/menit$ pada atmosfer udara. Setelah mencapai suhu $600^\circ C$, tekanan lalu diturunkan sampai atmosfer vakum dan pemanasan dilanjutkan sampai suhu $1250^\circ C$ dengan laju pemanasan yang sama. Setelah mencapai suhu $1250^\circ C$, suhu dipertahankan selama 30 menit agar reaksi pembentukan fasa ferit Mn-Zn dapat berlangsung secara sempurna. Setelah mencapai 30 menit, suhu lalu diturunkan sampai $180^\circ C$ dengan laju pendinginan $3^\circ C/menit$.

Setelah mencapai suhu $180^\circ C$, tekanan kembali diperbesar sampai tekanan atmosfer udara dan sampel dikeluarkan dari tungku serta dibiarkan mendingin sampai suhu kamar.

Pengukuran

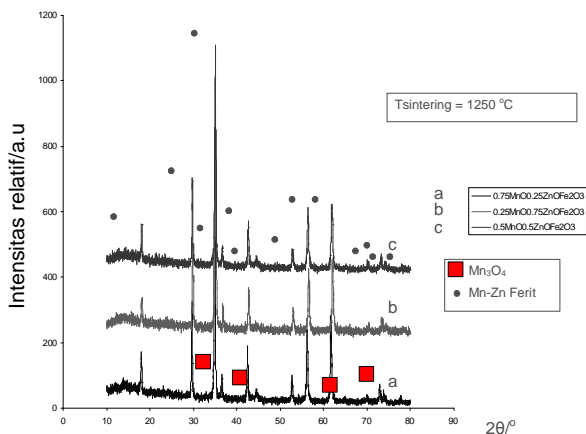
Identifikasi fasa dilakukan dengan menggunakan XRD (Philips PW1710, anoda: Cu-K α untuk masing-masing komposisi dengan rentang 2θ antara 10° hingga 80° . Pengamatan struktur, morfologi, dan distribusi ukuran partikel dilakukan dengan menggunakan SEM (Philips SL 20) pada perbesaran tertentu. Pengukuran sifat magnetik dilakukan dengan menggunakan peralatan Remacomp untuk mendapatkan kurva histeresis bagi masing-masing komposisi. Hal yang perlu dicatat pada pengukuran histeresis ini adalah sampel yang dipakai harus berbentuk ring sehingga serbuk ferit Mn-Zn yang sudah diperoleh tadi harus dikompaksi lalu di-sinter kembali.



Gambar 1. perbandingan kurva hasil analisis XRD untuk ketiga variasi komposisi ferit Mn-Zn [16]

HASIL DAN PEMBAHASAN

Hasil analisis dengan menggunakan XRD menunjukkan bahwa fasa ferit Mn-Zn telah berhasil terbentuk untuk ketiga sampel dengan variasi komposisi yang berbeda. Khusus untuk sampel dengan komposisi $0,75MnO, 0,25 ZnO Fe_2O_3$, terlihat empat buah puncak yang berimpit dengan puncak milik ferit Mn-Zn tetapi bukan merupakan puncak milik ferit Mn-Zn. Setelah ditelusuri, ternyata keempat puncak tersebut merupakan milik fasa kedua selain ferit Mn-Zn yaitu Mn_3O_4 . Terbentuknya fasa ini kemungkinan besar disebabkan karena reaksi yang tidak sempurna dari unsur-unsur pembentuk fasa ferit Mn-Zn. Oleh karena proses sintering dilakukan pada kondisi vakum, terjadi *oxygen deficiency* (kekurangan oksigen) sementara persentase dari unsur Mn sendiri relatif besar dalam campuran ini.

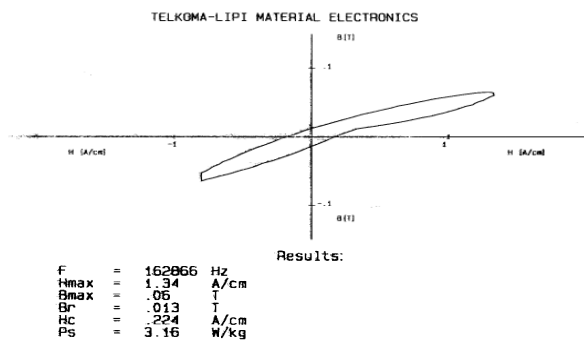


Gambar 2. Perbandingan kurva hasil analisis XRD untuk ketiga variasi komposisi Ferit Mn-Zn [16]

Hal tersebut menyebabkan adanya Mn yang memiliki elektron valensi 2,67 (lazimnya adalah Mn^{2+} atau Mn^{3+}) dan ion ini tidak akan mengisi rongga tetrahedral maupun oktahedral pada struktur ferit Mn-Zn. Atom ini yang membentuk Mn_3O_4 memiliki elektron valensi sebesar 2,67 (normalnya adalah Mn^{2+} atau Mn^{3+}) sehingga ion Mn disini tidak akan mengisi baik rongga tetrahedral maupun oktahedral dan berada diluar sebagai fasa sekunder yang memiliki karakteristik magnetik yang berbeda dengan ferit Mn-Zn. Meskipun begitu, hal ini tidak akan terlalu berpengaruh besar sebab jumlah persentase intensitas relatif dari keempat *peak* tersebut sangat kecil. Jadi, dapat dikatakan bahwa fasa ferit Mn-Zn mendominasi sifat keseluruhan dan sifat dari fasa lain yang terbentuk tadi hanya memberikan kontribusi yang kecil.

Hasil pengukuran sifat magnetik untuk ketiga sampel dilakukan dengan menggunakan alat Remacom. Hasil pengukurannya adalah berupa kurva histeresis seperti yang diperlihatkan pada Gambar 3a, Gambar 3b, dan Gambar 3c.

Berdasarkan analisis terhadap ketiga kurva histeresis diatas, sampel dengan komposisi 0,5 MnO 0,5 ZnO Fe_2O_3 memiliki nilai magnetisasi



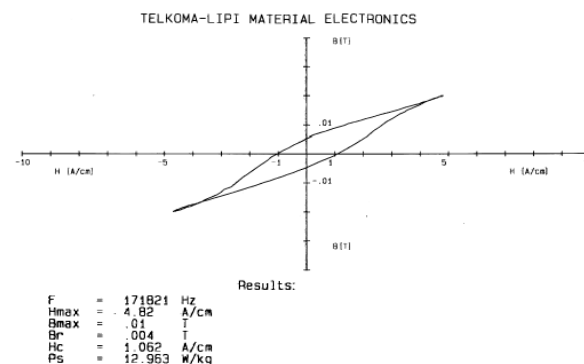
Results:
F = 162866 Hz
Hmax = 1.34 A/cm
Bmax = .06 T
Br = .013 T
Hc = .224 A/cm
Ps = 3.16 W/kg

Setup:
F (Hz) : 160000
Hm (A/cm) : 2
B-Range : 2
Ap (cm²) : .226
Lm (cm) : 3.64868
D (g/cm³) : 4.798
N1 : 4
N2 : 4

Probe:
Date : 04.05.2007
Tested by: Dedi
Job for: Riset
Shape: Ring

Art. No. : 2
Sample : MnZnFerrite

Gambar 3b. Kurva histeresis untuk sampel dengan komposisi 0,25 MnO 0,75 ZnO Fe_2O_3



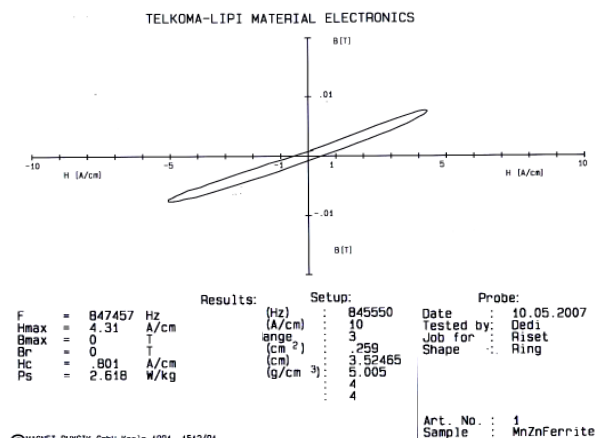
Results:
F = 171821 Hz
Hmax = 4.82 A/cm
Bmax = .01 T
Br = .004 T
Hc = 1.062 A/cm
Ps = 12.963 W/kg

Setup:
F (Hz) : 170000
Hm (A/cm) : 6
B-Range : 3
Ap (cm²) : 2.48
Lm (cm) : 3.54192
D (g/cm³) : 5.023
N1 : 4
N2 : 4

Probe:
Date : 09.05.2007
Tested by: Dedi
Job for: Riset
Shape: Ring

Art. No. : 3
Sample : MnZnFerrite

Gambar 3c. Kurva histeresis untuk sampel dengan komposisi 0,5 MnO 0,5 ZnO Fe_2O_3



Results:
F = 847457 Hz
Hmax = 4.31 A/cm
Bmax = 0 T
Br = 0 T
Hc = .801 A/cm
Ps = 2.618 W/kg

Setup:
F (Hz) : 845550
Hm (A/cm) : 10
B-Range : 3
Ap (cm²) : .259
Lm (cm) : 3.52465
D (g/cm³) : 5.005
N1 : 4
N2 : 4

Probe:
Date : 10.05.2007
Tested by: Dedi
Job for: Riset
Shape: Ring

Art. No. : 1
Sample : MnZnFerrite

Gambar 3a. Kurva histeresis untuk sampel dengan komposisi 0,75 MnO 0,25 ZnO Fe_2O_3

Tabel 1. Hasil pengukuran permeabilitas relatif dan medan magnet maksimum.

Komposisi Sampel	Permeabilitas Relatif (μ_r)	Medan Magnet Maksimum (Hmax) (A/m)
0,25 MnO 0,75 ZnO Fe_2O_3	5	386
0,75 MnO 0,25 ZnO Fe_2O_3	45	94
0,5 MnO 0,5 ZnO Fe_2O_3	18	260

maksimum yang paling besar ($M= 4,420$ kA/m) dibandingkan dengan sampel 0,25 MnO 0,75 ZnO Fe_2O_3 ($M=1,544$ kA/m) dan sampel 0,75 MnO 0,25 ZnO Fe_2O_3 ($M=4,136$ kA/m). Dari hal tersebut dapat disimpulkan bahwa sampel 0,5 MnO 0,5 ZnO Fe_2O_3 ternyata menghasilkan sifat magnetik yang paling baik dibandingkan sampel lainnya.

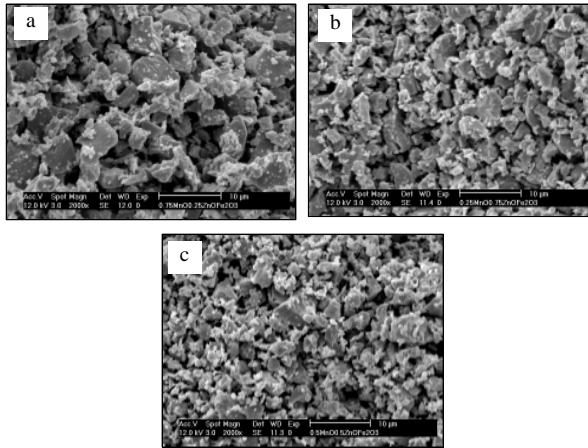
Pengaruh Komposisi Terhadap Sifat Magnetik Dari Serbuk Ferit Mn-Zn (Bambang Sunendar)

Nilai M diperoleh dari persamaan berikut:

$$M = (\mu_r - 1) H_{max}$$

Dimana M adalah magnetisasi maksimum, μ_r adalah permeabilitas relatif, dan H_{max} adalah medan magnet maksimum.

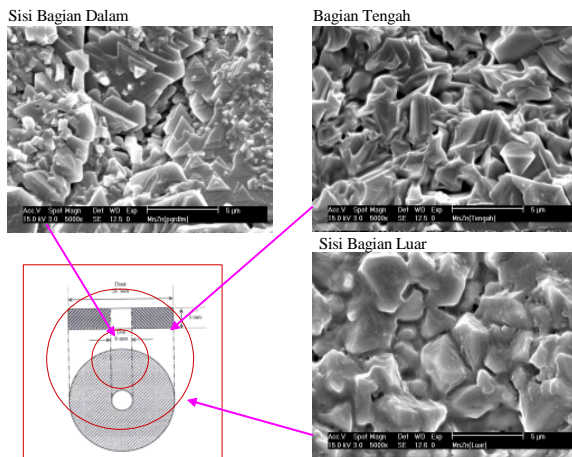
Morfologi, ukuran, dan distribusi partikel dikarakterisasi dengan menggunakan SEM. Gambar 4a, Gambar 4b, dan Gambar 4c memperlihatkan hasil karakterisasi SEM terhadap serbuk sebelum dilakukan re-sintering.



Gambar 4. a). 0,75 MnO 0,25 ZnO Fe₂O₃, b). 0,25 MnO 0,75 ZnO Fe₂O₃, c).0,5 MnO 0,5 ZnO Fe₂O₃

Dari ketiga gambar diatas, terlihat bahwa sampel dengan komposisi 0,5 MnO 0,5 ZnO Fe₂O₃ memiliki ukuran partikel yang paling kecil dibandingkan sampel lainnya.

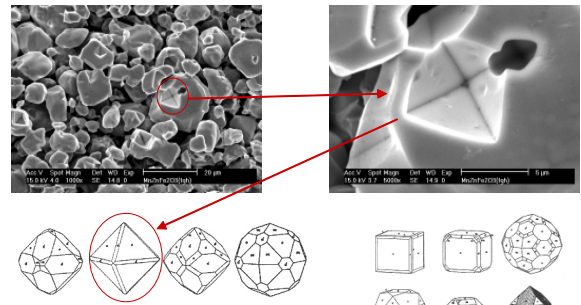
Morfologi sampel setelah re-sintering juga dilakukan. Berdasarkan hasil karakterisasi sifat magnetik, sampel dengan komposisi 0,5 MnO 0,5 ZnO Fe₂O₃ memberikan hasil yang paling baik. Oleh karena itu, karakterisasi morfologi dengan menggunakan SEM dilakukan terhadap sampel ini (Gambar 5)



Gambar 5. Karakterisasi sampel 0,5MnO 0,5 ZnO Fe₂O₃ setelah re-sintering

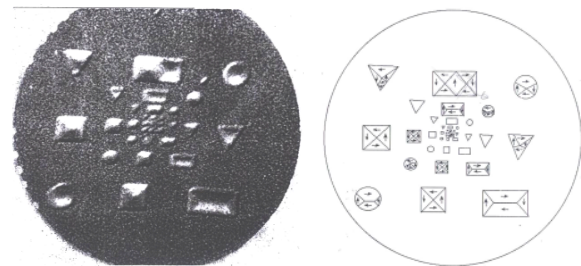
Berdasarkan hasil karakterisasi diatas, tampak terbentuknya struktur lamellar/pipih pada ketiga area (sisi bagian dalam, bagian tengah, dan sisi bagian luar). Struktur lamellar ini sangat dibutuhkan untuk mendapatkan pertumbuhan 2 dimensi sehingga arah momen dari domain magnet dapat dengan mudah dibuat relatif seragam. Apabila suatu material magnetik memiliki struktur mikro dengan domain magnet yang cenderung seragam, sifat intrinsik berupa magnetisasi yang tinggi dapat tercapai dengan mudah apabila diberikan suatu kuat medan magnet yang kecil dengan arah tertentu. Hal tersebut akan menyebabkan material tersebut mudah dimagnetisasi dan didemagnetisasi (sifat *soft magnetic* yang sangat baik). Ukuran partikel yang kecil menyebabkan reaktivitas dan respon terhadap kehadiran elektron dari luar menjadi lebih tinggi. Oleh karena itu, ukuran partikel diusahakan sekecil mungkin.

Untuk melihat spesies domain magnet yang terdapat pada mikro struktur diatas, sampel ring ferit Mn-Zn yang telah dikarakterisasi dengan SEM tersebut dietsa secara kimia dengan menggunakan HCl 6M. Hasil etsa tersebut dikarakterisasi kembali dengan menggunakan SEM (Gambar 6).

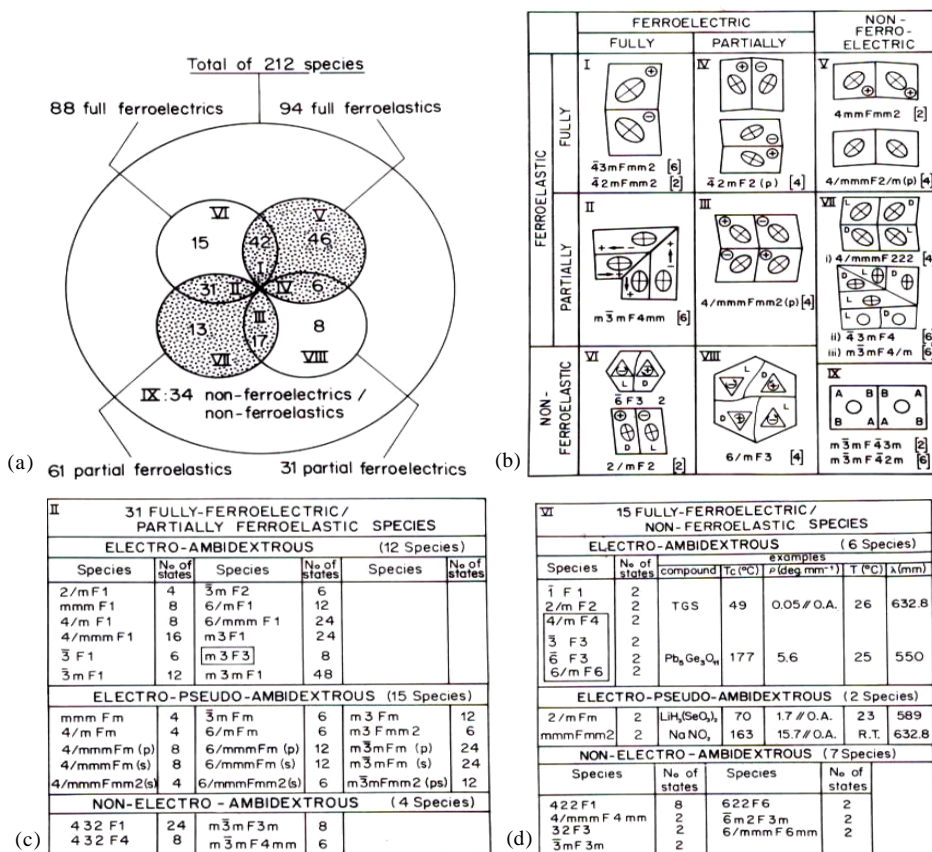


Gambar 6. Bentuk kontur pada salah satu butir sampel ring ferit Mn-Zn yang cocok dengan salah satu kristal ferit Mn-Zn yang berbentuk piramid[19]

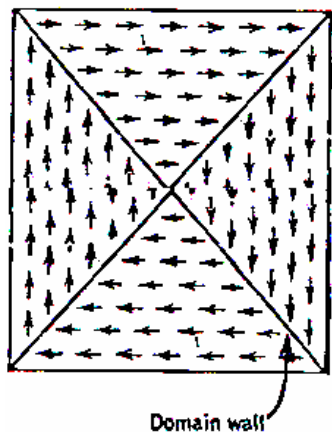
Hasil pengamatan terhadap sampel ring menunjukkan bahwa dalam material ferit Mn-Zn yang dikarakterisasi terdapat berbagai bentuk spesies domain. Bentuk spesies domain yang ada dapat dilihat dari kontur yang terbentuk pada butir-butir ferit Mn-Zn dimana



Gambar 7. Contoh spesies-spesies domain dan representasi arah momen magnetik untuk tiap spesies domain [14]



Gambar 8. Penggolongan spesies-spesies domain berdasarkan sifat-sifat magnetik yang dimiliki [13]



Gambar 9. Representasi domain magnet dari kristal ferit Mn-Zn yang berbentuk piramid segi empat [13,14]

kontur tersebut merupakan area yang ditinggalkan oleh kristal-kristal ferit Mn-Zn. Ferit Mn-Zn sendiri memiliki berbagai macam bentuk kristal dan diantara butir-butir yang diperiksa, diambil contoh satu butir dalam sampel ring yang memiliki kontur seperti piramid segi empat. Setelah dicocokkan dengan berbagai bentuk kristal ferit Mn-Zn, ternyata kontur tersebut cocok dengan salah satu kristal ferit Mn-Zn yang juga berbentuk piramid segi empat. Jika dikaitkan dengan konsep kristalografi, setiap spesies domain merepresentasikan bentuk dan

arah momen magnetik di dalamnya. Setiap spesies domain akan memberikan sifat dan karakteristik magnetik tertentu. Jadi apabila suatu material memiliki beberapa spesies domain, sifat magnetik dari material tersebut merupakan kombinasi dari sifat magnetik spesies-spesies domain yang terbentuk.

Dari pengamatan terhadap kontur berbentuk piramid segi empat dari sampel 0,5 MnO 0,5 ZnO Fe₂O₃ tersebut, representasi domain magnet yang dimiliki oleh kristal tersebut adalah sebagai berikut

KESIMPULAN

Sampel dengan komposisi 0,5 MnO 0,5 ZnO Fe₂O₃ menghasilkan serbuk dengan ukuran lebih kecil (rata-rata berkisar sekitar 2 mikron), menghasilkan kurva histeresis dan sifat magnetik yang lebih baik daripada komposisi lainnya. Morfologi partikel yang dihasilkan dari komposisi 0,5 MnO 0,5 ZnO Fe₂O₃ sangat baik karena berbentuk pipih sehingga pengontrolan pertumbuhan partikel relatif dapat dilakukan dengan mudah karena pertumbuhannya bersifat 2 dimensi. Dengan begitu, arah momen dari domain magnet relatif lebih mudah untuk dikontrol dan dibuat relatif seragam.

Serbuk ferit Mn-Zn yang telah dibuat memiliki sifat soft magnetic yang baik karena magnetisasi maksimumnya tinggi sehingga perubahan karakteristik

intrinsik magnet dapat terjadi dalam waktu singkat apabila ada gangguan dari luar (mudah dimagnetisasi dan didemagnetisasi). Untuk perkembangan lebih lanjut, agar dihasilkan sifat anisotropi yang lebih baik, metode sintesis serbuk dapat dilakukan dengan menggunakan metode sol-gel.

[16]. Walker LDJ Scientific, Inc., How a Histeresisgraph Measures the BH-Curve of Soft Magnetic Materials, Rockdale Street, Worcester, MA 01606, USA

[17]. www.walkerldjscientific.com

[18]. PCPDF XRD Data Base

[19]. <http://simplethinking.com/palache>

DAFTARACUAN

- [1]. DEDI, Pembuatan Magnet Lunak Mn-Zn Ferit untuk Aplikasi Inti Transformator, *Tesis Program Pasca Sarjana Ilmu dan Teknik Material*, Departemen Teknik Mesin, Institut Teknologi Bandung, (2004)
- [2]. CULLITY, B. D., *Elements of X-Ray Diffraction, Second Edition*, Canada : Addison-Wesley, (1978)
- [3]. ASM Handbook **9**, Metallography and Microstructures
- [4]. REED, J.S., *Introduction to the principles of Ceramic Processing*, New York State College of Ceramics, Alfred University, New York, John Wiley&Sons, (1988)
- [5]. BARSOUM, MICHEL, *Fundamentals of Ceramics*, McGraw-Hill International Editions, The McGraw-Hill Companies, Inc., Singapore, (1997)
- [6]. *Proceedings, Kursus Keramik Magnetik, Bandung, 17-22 September 1984*, Lembaga Fisika Nasional-LIPI
- [7]. WOHLFARTH, E.P., *Ferromagnetic Materials, A Handbook on the Properties of Magnetically Ordered Substances*, **2**, Nort Holand, (1986)
- [8]. CALLISTER JR., W.D., *Materials Science and Engineering, An Introduction*, John Wiley & Sons, Inc., Singapore, (1985)
- [9]. NEELAKANTA, PERAMBUR S., *Handbook of Electromagnetic Materials: Monolithic and Composite Versions and Their Applications*, CRC Press, Inc., USA, (1995)
- [10]. ZHI CHEN & CHI LU, *A Review of Materials and Mechanisms*, American Scientific Publishers, USA, (2005)
- [11]. ARSHAKA, K., TWOMEY, K., and EGAN, D., *A Ceramic Thick Film Humidity Sensor Based on Mn-Zn Ferit*, MDPI, (2002)
- [12]. C. C. LIU, P. J. HESKETH, and G. W. HUNTER, *Chemical Microsensors*, The Electrochemical Society Interface, (2004)
- [13]. *Proceedings of the Centro Stefano Franscini Ascona, Ferroelectric Ceramics: tutorial reviews, theory, processing, and applications*, Birkhauser Verlag, Basel, (1993)
- [14]. Bahan Kuliah Rekayasa Material Elektronik dan Magnetik
- [15]. YET-MING CHIANG, et.all., *Physical Ceramics, Principles for Ceramic Science and Engineering*, MIT, John Wiley & Sons, Inc., New York, (1997)