

ANALISIS FASA BaO 6Fe₂O₃ HASIL PERLAKUAN MEKANIK DAN ULTRASONIK TERHADAP PREKURSOR SOL-GEL

Ridwan dan Grace Tj. Sulungbudi
Puslitbang Iptek Bahan (P3IB) - BATAN
Kawasan Puspipstek, Serpong, Tangerang 15314

ABSTRAK

ANALISIS FASA BaO 6Fe₂O₃ HASIL PERLAKUAN MEKANIK DAN ULTRASONIK TERHADAP PREKURSOR SOL-GEL. Prekursor bahan magnet heksaferit, BaO 6Fe₂O₃ telah berhasil disintesis dari garam nitrat besi dan barium dengan Fe: Ba = 12 : 1 menggunakan metode *sol-gel*. Identifikasi fasa menggunakan teknik difraksi sinar-x menunjukkan prekursor lebih didominasi oleh α -Fe₂O₃. Proses pemanasan 700, 850, dan 1000°C selama 5 jam terhadap prekursor setelah dideaglomerasi menunjukkan bahwa fasa BaO 6Fe₂O₃ telah terbentuk pada suhu 700°C dan mengkristal sempurna pada 1000°C. Prekursor yang dipanaskan pada suhu 1000°C tanpa melalui proses deaglomerasi tidak memberikan sistem fasa tunggal BaO 6Fe₂O₃. Deaglomerasi prekursor menggunakan sistem ultrasonik ataupun *milling* dapat memberikan sistem fasa tunggal BaO 6Fe₂O₃ setelah dipanaskan pada suhu 1000°C baik dalam bentuk serbuk maupun *pellet*. Metode ultrasonik dalam sintesis bahan heksaferit BaO 6Fe₂O₃ dapat dianggap salah satu alternatif terutama apabila partikel yang dibutuhkan sangat halus dan dengan kemurnian tinggi.

Kata kunci : Magnet heksaferit, sintesis, sol-gel, ultrasonik, milling, difraksi sinar-x

ABSTRACT

PHASE ANALYSIS OF BaO 6Fe₂O₃ BASED ON MECHANICAL AND ULTRASONIC TREATMENT ON SOL-GEL PRECURSOR Hexaferrite magnet materials, BaO 6Fe₂O₃ have been successfully synthesized from nitrate of iron and barium with the ratio of Fe : Ba = 12 : 1 using sol-gel method. Phase identification using X-ray diffraction technique showed that the precursor was dominated by α -Fe₂O₃ phase. Subsequent heating process at 700, 850, and 1000°C for 5 hours of deagglomerated precursor powder showed that the BaO 6Fe₂O₃ phase started to grow at 700°C and perfectly crystallized at 1000°C. The precursor heated at 1000°C without deagglomeration process did not produce BaO 6Fe₂O₃ single phase. Deagglomeration of precursor using either ultrasonic or milling produced BaO 6Fe₂O₃ single phase after heating at 1000°C. The ultrasonic method is a good alternative for synthesizing hexaferrite BaO 6Fe₂O₃ especially when dealing with fine powder or high purity materials.

Key words : Hexaferrite magnet, synthesize, sol-gel, milling, x-ray diffraction

PENDAHULUAN

Magnet kuat permanen dari kelompok ferit dengan sistem kristal heksagonal seperti BaO 6Fe₂O₃ telah banyak dibahas baik dari segi ilmu maupun teknologi [1]. Hal ini dikarenakan, selain bahan mempunyai kestabilan kimia yang baik ditinjau dari pengaruh korosi juga sifat magnetnya tidak mudah berubah. Hal terakhir ini terlihat dari koersivitas magnet bahan > 1 kOe, sehingga untuk menghilangkan sifat magnet bahan diperlukan suatu medan magnet luar yang sangat besar.

Selain mempunyai sifat kimia yang stabil, bahan BaO 6Fe₂O₃ sangat ekonomis. Ini terlihat dari elemen-elemen pembentuk bahan yang berlimpah di alam. Sehingga penggunaannya di dalam peranti mekanik maupun elektronik di dalam kehidupan sehari-hari sudah sangat meluas. Khusus untuk pemanfaatan bahan BaO 6Fe₂O₃ di dalam sistem elektronik seperti peranti

gelombang pendek (*microwaves*) ataupun media perekam data, selain dipersyaratkan mempunyai tingkat kemurnian tinggi juga ukuran partikel yang halus.

Kualitas suatu bahan secara umum sangat ditentukan oleh langkah pemrosesannya sejak awal. Secara garis besar proses penyiapan prekursor bahan BaO 6Fe₂O₃ yang telah dikenal selama ini adalah cara kering (*milling*) dan kimia basah. Penyiapan prekursor melalui metode kimia basah seperti *chemical coprecipitation*, *sol-gel* sudah banyak digunakan orang mengingat tingkat kemurnian bahan dapat terjaga dengan baik selama proses berlangsung. Sedangkan penyiapan prekursor dari elemen BaCO₃, Fe₂O₃ dengan cara *milling* akan sangat mudah terkontaminasi unsur-unsur lain yang berasal sistem *vial* maupun bola yang digunakan juga menggunakan waktu relatif lama.

Proses penyiapan prekursor yang akan dibahas di dalam makalah ini adalah menggunakan metode *sol-gel*. Metode ini termasuk relatif baru dalam penyiapan prekursor $\text{BaO} \cdot 6\text{Fe}_2\text{O}_3$ secara kimia [2]. Dalam usaha untuk mendapatkan partikel $\text{BaO} \cdot 6\text{Fe}_2\text{O}_3$ yang halus dan homogen, maka prekursor yang dihasilkan dari *sol-gel* diproses lebih lanjut dengan menggunakan metode ultrasonik dan penghalusan secara *manual*. Pemanfaatan metode ultrasonik telah lama dikenal terutama dalam membersihkan permukaan suatu benda untuk menghindari adanya goresan. Namun belakangan ini metode tersebut juga telah terbukti dapat dimanfaatkan dalam proses kimia (*sonochemistry*) ataupun untuk deaglomerasi, menggunakan gelombang suara dengan frekuensi yang tinggi sekitar 20 kHz [3]. Proses deaglomerasi dengan teknik ultrasonik ini mempunyai keuntungan, yakni kemurnian dari prekursor tetap terjaga dan dalam waktu yang singkat.

Salah satu metode yang sederhana untuk melihat proses pembentukan sistem fasa suatu bahan adalah dengan teknik difraksi sinar-x. Teknik ini relatif sederhana, hanya menggunakan jumlah cuplikan yang sedikit serta proses pengambilan data dalam selang waktu yang relatif singkat. Dalam makalah ini, Analisis fasa bahan $\text{BaO} \cdot 6\text{Fe}_2\text{O}_3$ hasil proses *sol-gel* yang dilanjutkan dengan deaglomerasi menggunakan teknik ultrasonik maupun *milling* akan dibahas berdasarkan data difraksi sinar-x yang diukur pada suhu ruang. Analisis meliputi sistem fasa prekursor, hingga proses pembentukan fasa $\text{BaO} \cdot 6\text{Fe}_2\text{O}_3$ terhadap suhu baik melalui proses deaglomerasi menggunakan metode ultrasonik maupun *milling*.

METODE

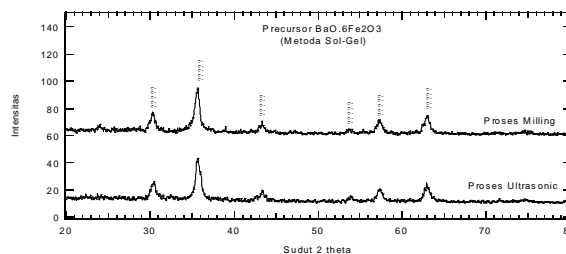
Penyiapan prekursor $\text{BaO} \cdot 6\text{Fe}_2\text{O}_3$ dilakukan dengan mencampurkan besi dan barium nitrat dengan komposisi Fe : Ba adalah 12 : 1 dan ditambahkan asam maleat serta etilen glikol pada suhu 40°C. Bahan-bahan kimia yang digunakan $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$, $\text{Ba}(\text{NO}_3)_2$, $\text{C}_4\text{H}_4\text{O}_4$ dan etilena glikol adalah produk *Merck* dengan tingkat kemurnian pro analisis. Asam maleat yang ditambahkan di sini berfungsi sebagai ligan yang mengikat kation-kation logam yang kemudian membentuk polimerisasi dalam media etilen glikol. Setelah seluruh bagian besi maupun barium nitrat tersebut larut sambil dipanaskan hingga mencapai suhu 100°C, maka akan terbentuk suatu *gel* yang didahului oleh adanya reaksi eksotermal sehingga menambah tinggi suhu hingga 130°C. *Gel* yang diperoleh pada tahap ini kemudian dikeringkan pada 250°C, kemudian dipanaskan lagi hingga 450°C, untuk menghilangkan prekursor organik.

Prekursor hasil pengeringan tersebut kemudian dibagi beberapa bagian, untuk pemrosesan menggunakan metode ultrasonik dan penghalusan secara *manual*. Peralatan ultrasonik yang digunakan adalah *Sonic Vibra Cell Model VCX 750* dengan frekuensi

20 KHz, sedang proses *milling* secara *manual* menggunakan *mortar* terbuat dari *agate*. Proses deaglomerasi menggunakan ultrasonik dilakukan selama 2-3 jam di dalam media toluen, sedangkan proses *milling* dilakukan selama 1 jam. Untuk mengetahui proses pembentukan fasa $\text{BaO} \cdot 6\text{Fe}_2\text{O}_3$, maka sebagian cuplikan dalam bentuk pelet telah dipanaskan masing-masing pada suhu 700, 850 dan 1000°C selama 5 jam. Analisis fasa bahan $\text{BaO} \cdot 6\text{Fe}_2\text{O}_3$ telah dilakukan berdasarkan data difraksi sinar-x yang diukur menggunakan difraktometer sinar-x *Philips* dengan target Cu-K α .

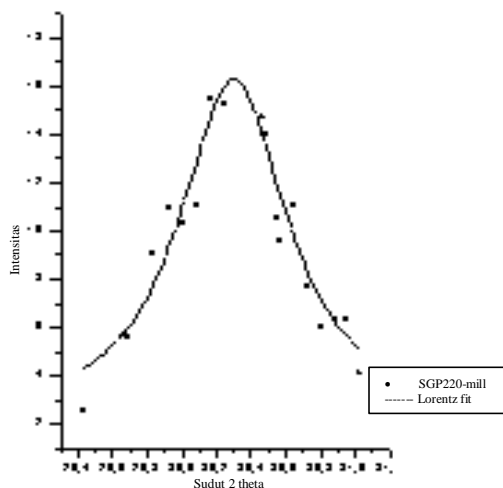
HASIL DAN PEMBAHASAN

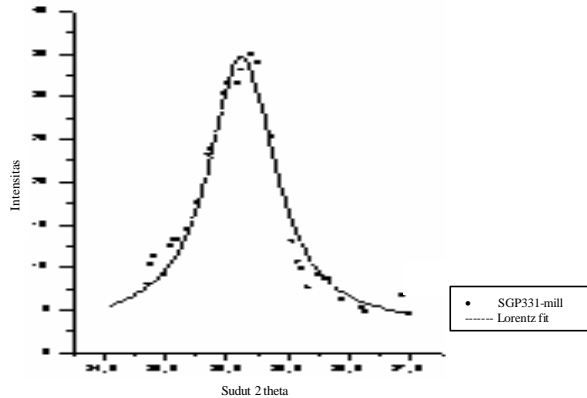
Pola difraksi sinar-x terhadap prekursor yang telah diaglomerasi baik menggunakan metode ultrasonik maupun *milling* dapat di lihat pada Gambar 1.



Gambar 1. Pola difraksi prekursor sol-gel $\text{BaO} \cdot 6\text{Fe}_2\text{O}_3$

Pola difraksi prekursor awal sebelum dilakukan proses pemanasan setelah penghalusan menggunakan metode ultrasonik maupun *milling* menunjukkan kesamaan satu sama lain. Berdasarkan puncak-puncak difraksi yang ada dapat diidentifikasi bahwa fasa yang muncul sesuai dengan $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$. Puncak difraksi dari elemen BaCO_3 tidak dapat diidentifikasi disini mungkin disebabkan fraksinya yang jauh lebih kecil dibandingkan dengan Fe_2O_3 . Lebih jauh lagi puncak-puncak difraksi terlihat tidak begitu tajam dan cenderung melebar, hal ini menunjukkan bahwa ukuran butir yang ada masih sangat halus. Hasil *fitting* puncak difraksi (220) dan (311) menggunakan program *ORIGIN7* [4] dapat dilihat pada Gambar 2.





Gambar 2. Lorentzian fitting terhadap puncak γ -Fe₂O₃ (220 dan 311)

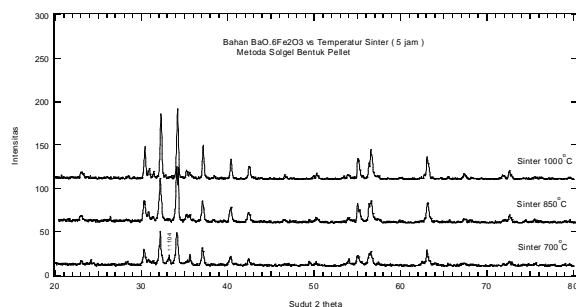
Ukuran butiran dihitung berdasarkan pendekatan Scherer [5], menggunakan persamaan :

$$D = \frac{0,9 \lambda}{\beta \cos \theta}$$

D adalah ukuran butiran kristal, $\lambda_{Cu-K\alpha}$ adalah panjang gelombang (15,404 nm), β adalah lebar setengah puncak (full wave at half maximum) dan θ adalah sudut Bragg. Diperoleh ukuran butiran untuk prekursor hasil milling, dan ultrasonik seperti terlihat pada Tabel 1.

Tabel 1. Ukuran butiran prekursor BaO 6Fe₂O₃

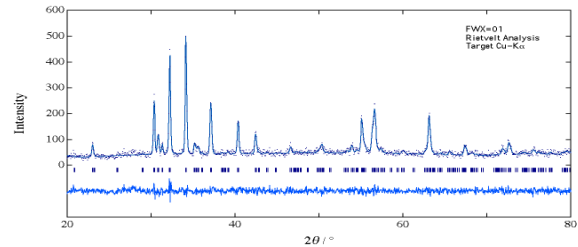
Metode	hkl	2 θ	Cos θ	β	D(nm)	\bar{D} (nm)
Ultrasonik	220	30,38	0,97	0,74	19,44	20,36
	311	35,71	0,95	0,68	21,28	
Milling	220	30,30	0,97	0,68	21,26	20,36
	311	35,62	0,95	0,64	22,76	



Gambar 3. Pola difraksi sinar-x fase BaO 6Fe₂O₃ terhadap suhu sintering

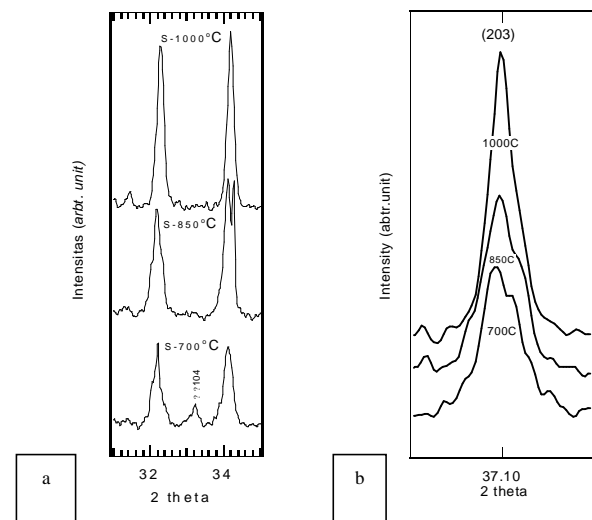
Seperti telah diketahui bahwa dengan menggunakan metode sol-gel ini akan dapat diperoleh ukuran serbuk yang sangat halus. Ukuran serbuk akan sangat mempengaruhi proses pembentukan fasa heksaferit, BaO 6Fe₂O₃. Proses pembentukan fasa BaO 6Fe₂O₃ dengan variasi suhu masing-masing 700°C, 850°C

dan 1000°C dalam selang waktu 5 jam dapat di lihat pada Gambar 3. Sebagai acuan terhadap sistem fase yang terbentuk, digunakan sistem fase BaO 6Fe₂O₃ hasil identifikasi menggunakan RIETAN [6] terhadap cuplikan hasil proses metalurgi serbuk berasal dari sistem oksida seperti terlihat pada Gambar 4 [7].



Gambar 4. Pola difraksi sinar-x menggunakan target Cu-K α cuplikan hasil metalurgi serbuk dengan bahan dasar oksida [7]

Pola difraksi sinar-x menggunakan target Cu-K α di atas menunjukkan bahwa pembentukan fasa BaO 6Fe₂O₃ sudah terjadi pada suhu 700°C. Namun demikian masih terlihat adanya fase α -Fe₂O₃ (104) disekitar sudut $2\theta = 33,2^\circ$ (lihat Gambar 5a).

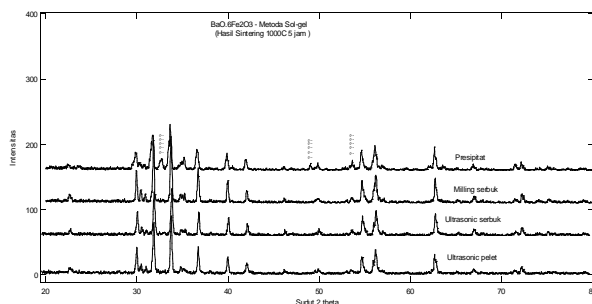


Gambar 5a,b. Detail proses pertumbuhan fasa BaO 6Fe₂O₃

Pada Gambar 5b jelas terlihat bahwa pertumbuhan sistem kristal BaO 6Fe₂O₃ sangat bergantung pada suhu sintering. Berdasarkan pola difraksi ini, dengan asumsi bahwa volume bahan yang diradiasi dan lama pengukuran sama, maka pertumbuhan puncak yang semakin tinggi dan ramping ini menunjukkan bahwa kristal semakin sempurna dan besar. Lebih jauh lagi apabila diperhatikan, terlihat jelas adanya perubahan bentuk kurva difraksi puncak (203) terhadap suhu pemanasan. Puncak difraksi pada suhu hasil pemanasan 700 dan 850°C, cenderung merupakan gabungan dua puncak difraksi dengan panjang kisi kristal yang sedikit berbeda. Hal ini sangat mungkin terjadi mengingat proses perubahan fasa pada BaO.6Fe₂O₃ terkait dengan Fe₂O₃/BaO = 5,0-6,0 yang

sangat bergantung pada suhu dan lama pemanasan [8]. Pola difraksi untuk hasil pemanasan 1000°C puncak difraksi sudah hampir sempurna, sehingga dapat diperkirakan $\text{Fe}_2\text{O}_3/\text{BaO} = 6,0$. Oleh sebab itu untuk proses pembentukan fasa $\text{BaO} \cdot 6\text{Fe}_2\text{O}_3$ lebih lanjut ditetapkan suhu *sintering* 1000°C dan lama pemanasan, yakni 5 jam.

Untuk melihat efek ultrasonik ataupun *milling* terhadap pembentukan fasa $\text{BaO} \cdot 6\text{Fe}_2\text{O}_3$ hasil proses sol-gel baik berupa serbuk maupun pelet, maka beberapa bagian dari prekursor telah dipanaskan selama 5 jam dengan suhu 1000°C. Hasil pengukuran difraksi sinar-x dari fasa $\text{BaO} \cdot 6\text{Fe}_2\text{O}_3$ untuk masing-masing langkah pemrosesan dapat di lihat pada Gambar 6.



Gambar 6. Pola difraksi sistem fasa $\text{BaO} \cdot 6\text{Fe}_2\text{O}_3$ hasil proses serbuk maupun pelet

Berdasarkan pola difraksi yang dihasilkan nampak bahwa fasa $\text{BaO} \cdot 6\text{Fe}_2\text{O}_3$ telah terbentuk dengan baik. Namun untuk prekursor yang tidak melalui proses homogenisasi terlebih dahulu, nampak bahwa masih adanya beberapa puncak yang berasal dari $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$. Ini menunjukkan bahwa walaupun dalam pemrosesan awal prekursor $\text{BaO} \cdot 6\text{Fe}_2\text{O}_3$ dengan metode sol-gel dapat memberikan kondisi serbuk yang halus, namun tidak menjamin bahwa elemen-elemen pembentuk fasa telah terdistribusi sempurna disegala bagian prekursor. Sehingga hal ini dapat mengganggu jalannya proses reaksi untuk pembentukan $\text{BaO} \cdot 6\text{Fe}_2\text{O}_3$ secara sempurna. Sebaliknya untuk prekursor yang telah mengalami proses homogenisasi baik dengan metode ultrasonik maupun *milling* dapat dihasilkan sistem fasa tunggal $\text{BaO} \cdot 6\text{Fe}_2\text{O}_3$.

Pada Gambar 6, juga dapat dilihat bahwa baik bahan yang telah mengalami kompaksi (pelet) ataupun masih berupa serbuk pada akhir pemrosesan dapat menghasilkan sistem fasa $\text{BaO} \cdot 6\text{Fe}_2\text{O}_3$. Ini menunjukkan bahwa prekursor sebelum mengalami proses pemanasan mempunyai tingkat homogenisasi yang tinggi.

KESIMPULAN

Berdasarkan hasil penelitian ini, nampak bahwa metode sol-gel adalah salah satu alternatif yang dapat digunakan dalam proses pembuatan prekursor $\text{BaO} \cdot 6\text{Fe}_2\text{O}_3$ dengan ukuran partikel yang sangat halus. Partikel prekursor yang sangat kecil ini akan mendorong proses pembentukan fasa bergeser pada suhu yang lebih rendah. Proses homogenisasi akhir dari prekursor baik

menggunakan metode ultrasonik maupun *milling* tidak menunjukkan perbedaan yang berarti terhadap hasil akhir. Namun dengan metode ultrasonik ini, dapat diperkirakan kemungkinan kontaminasi dari sistem *vessel* yang digunakan jauh lebih kecil dibandingkan dengan metode *milling* akibat abrasi dari sistem penggerusan. Hasil pengamatan menunjukkan bahwa proses pembentukan fasa $\text{BaO} \cdot 6\text{Fe}_2\text{O}_3$ sudah mulai terjadi pada suhu 700°C, mencapai hasil fasa tunggal pada suhu 850°C dan menghasilkan *perfect* kristal pada suhu 1000°C. Penelitian proses pembentukan fasa $\text{BaO} \cdot 6\text{Fe}_2\text{O}_3$ nano-kristal dengan metode ultrasonik lebih lanjut akan dilakukan.

DAFTARACUAN

- [1]. STABLEIN, H., *Ferromagnetic Materials*, 3, Ed. E. P. Wohlfarth, North Holland Publishing Company, (1982)
- [2]. ESTEVEZ-RAMS, E., et.al., *J. Phys. D: Appl. Phys.* 33 (2000) 2708-2715
- [3]. MASON, T. J., *Sonochemistry*, Oxford University Press Inc., New York, (1999)
- [4]. OriginLab Corporation, Origin 7 Demo Version, Copyright 1991-2002, Northampton, USA
- [5]. KLUG, H. P. and ALEXANDER, L. E., *X-ray Diffraction Procedures*, John Wiley & Sons Inc, London, (1962)
- [6]. IZUMI, F., *A Rietveld Refinement Program RIETAN-94 for Angle Dispersive X-Ray and Neutron Order Diffraction*, National Institut for Research in Inorganic Material, Japan (1995)
- [7]. RIDWAN, dkk., *Sintesa Bahan Heksaferit BaO·6Fe₂O₃*, belum dipublikasikan.
- [8]. KOJIMA, H., *Ferromagnetic Materials*, 3, Ed. E. P. Wohlfarth, North Holland Publishing Company, (1982)