

PENGARUH *HIGH-ENERGY MILLING* TERHADAP SIFAT MAGNETIK BAHAN BARIUM HEKSAFERIT ($BaO.6Fe_2O_3$)

Akmal Johan¹, Ridwan², Azwar Manaf³ dan Wisnu Ari Adi²

¹Jurusan Fisika, FMIPA - UNSRI

Inderalaya 30662, Palembang

²Puslitbang Iptek Bahan (P3IB) - BATAN

Kawasan Puspipstek, Serpong 15314, Tangerang

³Program Studi Ilmu Material Program Pascasarjana FMIPA - UI

Jl. Salemba Raya No. 4, Jakarta

ABSTRAK

PENGARUH *HIGH-ENERGY MILLING* TERHADAP SIFAT MAGNETIK BAHAN BARIUM HEKSAFERIT ($BaO.6Fe_2O_3$). Telah dilakukan penelitian mengenai sifat magnetik bahan serbuk barium heksaferit dari pengaruh proses *high-energy milling* yang diikuti perlakuan *annealing* pada suhu 1000°C selama 3 jam, masing-masing pengukuran dilakukan pada suhu ruang. Hasil pengukuran pola difraksi sinar-x sebelum dan setelah proses *milling* 5 jam, 10 jam, 15 jam, 20 jam dan 30 jam terlihat telah terjadi deformasi terhadap struktur kristal yang ditunjukkan dengan tinggi puncak yang semakin menurun dan semakin melebar sehingga didapatkan sifat kemagnetan yang semakin menurun. Dari proses *milling* didapatkan nilai koersivitas intrinsik 1,68 kOe sebelum proses *milling* dan 1,13 kOe setelah proses *milling* 30 jam serta nilai magnetisasi remanen 42,5 emu/gram sebelum proses *milling* dan 8,16 emu/gram setelah proses *milling* 30 jam. Namun setelah hasil proses *milling* disertai perlakuan *annealing* pada suhu 1000°C selama 3 jam terlihat telah terjadi perbaikan dan penumbuhan struktur kristal yang mengalami deformasi akibat proses *milling*, dengan ditunjukkan semakin meningkatnya nilai koersivitas intrinsik yaitu 2,09 kOe sebelum proses *milling* dan 4,39 kOe setelah proses *milling* 30 jam serta nilai magnetisasi remanen setelah proses *milling* hingga 30 jam cenderung kembali seperti sebelum proses *milling* yaitu sekitar 43 emu/gram.

Kata kunci : *High-energy milling*, barium heksaferit, sifat magnetik

ABSTRACT

THE EFFECTS OF HIGH-ENERGY MILLING TO THE MAGNETIC PROPERTIES OF BARIUM HEXAFERRITE MATERIALS ($BaO.6Fe_2O_3$). The research to magnetic properties powders materials barium hexaferrite from the effects high-energy milling process followed through annealing process on temperature 1000°C for 3 hours, the measurement was prepared on room temperature respectively. The measurement results x-ray diffraction before and after of 5, 10, 15, 20 and 30 hours milling process due to the deformation of crystallite structure is shown by peaks descend more and width more with the magnetic properties is descend more. From milling process resulted the intrinsic coersivity 1.68 kOe before milling process and 1.13 kOe after the milling process on 30 hours as well as the magnetization remanence 42.5 emu/gram before milling process and 8.16 emu/gram after milling process on 30 hours. However the result after milling process and followed the annealing process on temperature 1000°C for 3 hours shows has been recover and crystallite growth the experience deformation the milling process effects, shown with more increased the intrinsic coersivity 2.09 kOe before milling process and 4.39 kOe after the milling process on 30 hours as well as the magnetization remanence after milling process up to 30 hours inclined as before milling process that is about 43 emu/gram.

Key words : High-energy milling, barium hexaferrite, magnetic properties

PENDAHULUAN

High-Energy Milling (HEM), merupakan suatu metode dan fasilitas yang cukup memadai untuk memperoleh ukuran kristalit atau partikel logam yang sangat halus hingga ukuran nanometer. Metode *milling* yang menggunakan metode vibrasi frekuensi tinggi, yang dapat menyebabkan proses penghalusan kristalit dalam waktu singkat sehingga efek

oksidasi dapat dihindari, sesuai dengan keakurasian data difraksi sinar-x. Bahan dasar yang digunakan dapat berupa serbuk ataupun serpihan halus. Dalam proses *milling* ini dapat menimbulkan deformasi ataupun *stress* internal di dalam bahan, hal ini dibuktikan dengan adanya peningkatan nilai koersivitas magnet intrinsik (H_c) [1].

Penelitian ini bertujuan untuk menentukan pengaruh *high-energy milling* terhadap sifat magnetik bahan serbuk barium heksaferit, yang merupakan salah satu cara untuk mendapatkan bahan heksaferit dengan koersivitas magnet yang tinggi yaitu dengan memperhalus ukuran partikel sehingga mendekati ukuran partikel *domain* tunggal (*single domain*) sekitar $\approx 1 \mu\text{m}$ [2]. Metode *high-energy milling* untuk mendapatkan partikel dalam ukuran skala nanometer disebut dengan pendekatan *top-down*[3].

Barium heksaferit ($\text{BaO} \cdot 6\text{Fe}_2\text{O}_3$) adalah bahan magnet permanen yang dapat disintesis dengan metode keramik konvensional, bahan ini merupakan salah satu senyawa penting yang sampai saat ini masih diteliti dari sejak beberapa dekade belakangan ini karena kegunaannya yang luas pada bidang industri bahan elektronik dan magnetik. Senyawa ini memiliki magnetisasi remanen dan medan koersivitas yang relatif tinggi serta ketahanan terhadap korosi dan stabilitas kimia yang baik [4]. Sifat semacam ini sangat diperlukan untuk produk-produk industri antara lain sebagai magnet permanen, media penyimpanan data dan divais *microwave*. Pada tahun 1952, kelompok peneliti dari Philips untuk pertama kalinya menggunakan senyawa $\text{BaO} \cdot 6\text{Fe}_2\text{O}_3$ untuk pembuatan magnet permanen yang dikenal sebagai *hard ferrite* [5].

Struktur kristalnya adalah hexagonal dimana pertama kalinya diuji dengan sinar-x oleh V. Adelskold pada tahun 1938 [5]. *Hard ferrite* kini telah memiliki aplikasi yang cukup luas, dari produk mainan anak-anak (*toys*) sampai kepada produk *high technology* seperti *stepping motors*, *loud speakers actuators* dan *magnetic imaging* dan sebagainya. Oleh karena itu, tidak berlebihan bila senyawa $\text{BaO} \cdot 6\text{Fe}_2\text{O}_3$ dikategorikan sebagai salah satu bahan strategis di dunia industri tidak saja dikarenakan aplikasinya yang sangat luas tetapi juga karena bahan baku untuk sintesis *ferrite* tersedia melimpah dan bias diperoleh dengan harga yang relatif murah. Dengan kata lain, magnet *ferrite* masih menguasai pasar magnet dunia. Meskipun pada saat ini telah ditemukan beberapa kelas magnetik permanen, namun magnet *ferrite* masih mendominasi aplikasi pada berbagai bidang produk teknologi. Sekarang ini hampir 90% magnet *ferrite* dipakai untuk membuat magnet-magnet permanen [5] dan magnet kelas keramik ini terus dikembangkan karena memiliki koersivitas yang tinggi.

METODE PERCOBAAN

Dari proses *milling* didapatkan pola difraksi sinar-x dengan puncak difraksi yang semakin menurun dan melebar diukur dengan menggunakan difraktometer sinar-x (XRD) dan untuk menentukan besar *strain internal* (ϵ) yang diterima bahan akibat proses *milling* ini dihitung dengan menggunakan persamaan (1)[6],

$$\frac{W \cos \theta}{\lambda} = 2\epsilon \frac{\sin \theta}{\lambda} + \frac{1}{D}$$

dan evaluasi sifat kemagnetan bahan dilakukan dengan menggunakan peralatan *Vibrating Sample Magnetometer* (VSM).

Bahan serbuk barium heksaferit yang digunakan dalam penelitian ini diperoleh dari P.T. *Sumimagne*, Cilegon-Banten. Berat serbuk di timbang seberat 25 gram dimasukkan ke dalam *vial* beserta 5 buah bola dengan jejari sekitar 1 cm yang terbuat dari bahan *stainless steel*. Proses *milling* dilakukan dalam selang waktu 5 jam, 10 jam, 15 jam, 20 jam dan 30 jam dalam atmosfer udara dan setiap 1,5 jam (90 menit) proses dihentikan guna pendinginan motor penggerak dan bersamaan dengan itu serbuk di aduk kembali untuk menghindarkan pemadatan disisi mati (*dead edge*) bagian dalam *vial*. Serbuk hasil proses *milling* ditempatkan dalam suatu alumina *boot* yang selanjutnya dilakukan proses *annealing* pada suhu 1000°C selama 3 jam dalam atmosfer udara.

Peralatan *high-energy milling* yang digunakan dalam kegiatan ini adalah buatan *SPEX CertPrep, Inc*, 203 *Norcross Ave, Metuchen, New Jersey 08840, USA*. Alat dengan spesifikasi teknis, sebagai berikut : *Type of mill = high energy ball mill, shaker mill, Grinding Container = canister type vial with one or more balls, Weight (empty, without vial) = 35 kg, Dimension = 48 cm x 36 cm x 46 cm, dan Timer range = 0 – 100 minutes can be extended by user to 1000 minutes* [7].

Peralatan *HEM* ini di desain sedemikian rupa seperti Gambar 1 (a) dan *vial* yang digunakan dalam



Gambar 1. (a) SPEX Certiprep 8000M Mixer/ Mill; (b) Vial dan bola yang digunakan

kegiatan ini terbuat dari *low carbon stainless steel* dengan ukuran tinggi 2,5 inch dan diameter 2 inch, sedangkan bola yang digunakan terbuat dari baja dengan ukuran diameter 1,0 cm seperti Gambar 1 (b).

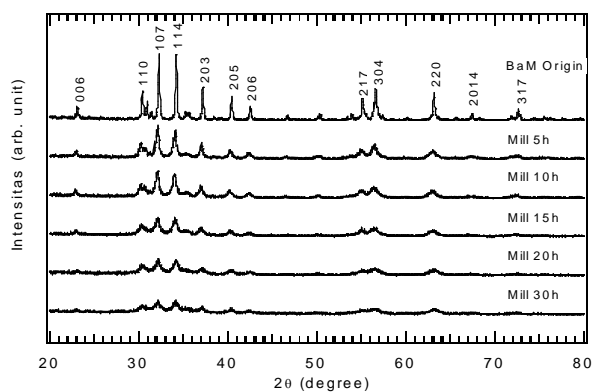
Semua peralatan ini merupakan fasilitas peralatan yang ada di Bidang Bahan Maju (BBM) Puslitbang Iptek Bahan (P3IB)-BATAN, Kawasan Puspiptek Serpong, Tangerang.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Pengukuran pola difraksi dilakukan dengan difraktometer sinar-x (XRD) pada suhu ruang dengan selang waktu pengukuran untuk satu sampel adalah 50 menit dan sifat kemagnetan diukur dengan *Vibrating Sample Magnetometer* (VSM) terhadap bahan barium heksaferit berbentuk serbuk pada suhu ruang dengan selang waktu pengukuran untuk satu sampel adalah 50 menit rentang medan magnet luar ± 1 Tesla pada suhu ruang, pertambahan kecepatan dan pengurangan medan magnet luar diatur sebesar 0,01 Tesla per-menit.

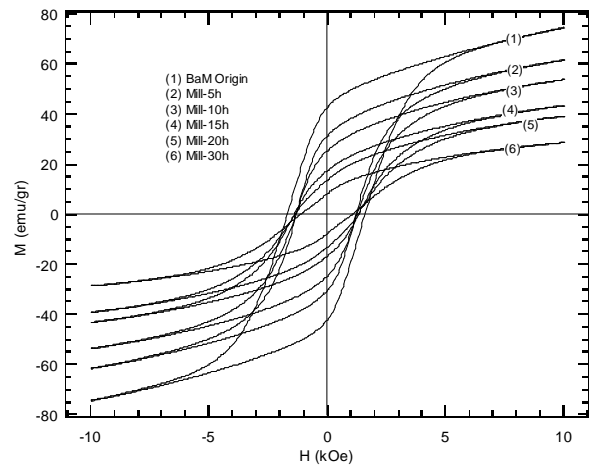
Data dari Proses High-Energy Milling

Pola difraksi sinar-x sebelum dan setelah proses *milling* selama selang waktu 5 jam, 10 jam, 15 jam, 20 jam dan 30 jam, hasilnya dapat dilihat pada Gambar 2. Disini terlihat bahwa secara sistematis semakin lama proses *milling* maka puncak difraksi cenderung semakin menurun dan melebar, namun tidak terbentuk fasa amorf hingga proses *milling* 30 jam. Selain itu tidak terdapat puncak-puncak baru melainkan hanya fasa barium heksaferit yang berfasa tunggal dengan struktur *hexagonal magnetoplumbite* (*M-type*) dengan *space group* $P63/mmc$ [8].



Gambar 2. Pola difraksi sinar-x bahan serbuk barium heksaferit sebelum dan setelah proses *milling* 5 jam, 10 jam, 15 jam, 20 jam dan 30 jam

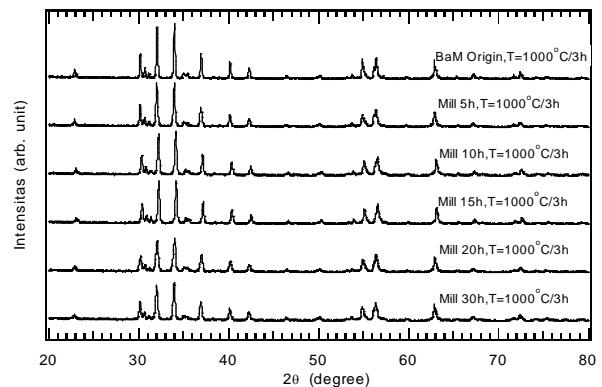
Kurva histeresis sebelum dan setelah proses *milling* selama selang waktu 5 jam, 10 jam, 15 jam, 20 jam dan 30 jam, hasilnya dapat dilihat pada Gambar 3, disini terlihat bahwa semakin lama proses *milling* maka magnetisasi remanen dan koersivitas intrinsik cenderung semakin menurun.



Gambar 3. Kurva histeresis bahan serbuk barium heksaferit sebelum dan setelah proses *milling* 5 jam, 10 jam, 15 jam, 20 jam dan 30 jam

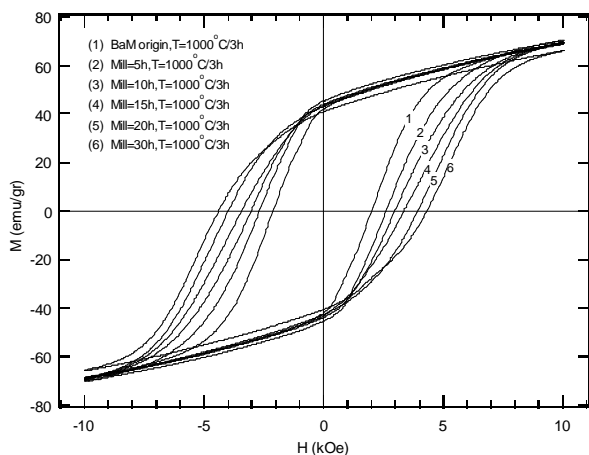
Data dari Proses Milling Diikuti Proses Annealing pada $T=1000^{\circ}C$ Selama 3 Jam

Pola difraksi sinar-x sebelum dan setelah proses *milling* selama selang waktu 5 jam, 10 jam, 15 jam, 20 jam dan 30 jam selanjutnya dilakukan proses *annealing* pada suhu $1000^{\circ}C$ selama 3 jam dan disertai proses pendinginan di dalam *furnace* hingga suhu ruang, hasilnya dapat dilihat pada Gambar 4. Disini terlihat bahwa puncak-puncak difraksi cenderung kembali seperti sebelum dilakukan proses *milling*,

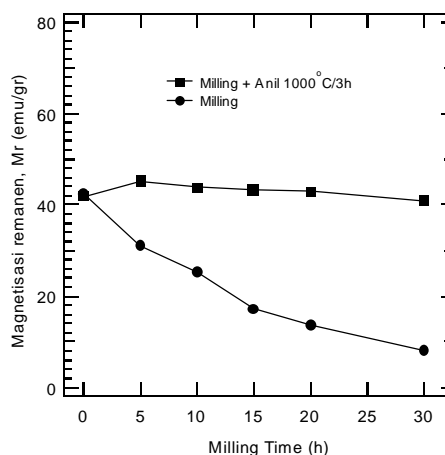


Gambar 4. Pola difraksi sinar-x bahan serbuk barium heksaferit sebelum dan setelah proses *milling* 5 jam, 10 jam, 15 jam, 20 jam dan 30 jam dan *annealing* pada suhu $1000^{\circ}C$ selama 3 jam

Kurva histeresis sebelum dan setelah proses *milling* selama selang waktu 5 jam, 10 jam, 15 jam, 20 jam dan 30 jam, lalu diberi perlakuan panas *annealing* pada suhu $1000^{\circ}C$ selama 3 jam dan disertai proses pendinginan di dalam *furnace* hingga suhu ruang, hasilnya dapat dilihat pada Gambar 5, disini terlihat bahwa semakin lama proses *milling* cenderung nilai koersivitas intrinsik semakin meningkat namun nilai magnetisasi remanen cenderung sama atau tidak ada perubahan yang signifikan.



Gambar 5. Kurva histeresis bahan serbuk barium heksaferit sebelum dan setelah proses *milling* 5 jam, 10 jam, 15 jam, 20 jam dan 30 jam setelah dianil pada suhu 1000°C selama 3 jam



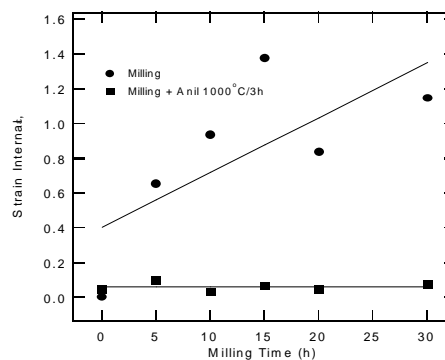
Gambar 6. Kurva hubungan waktu *milling* terhadap magnetisasi remanen

Hubungan Proses *Milling* Terhadap Sifat Magnetik

Kurva histeresis pada Gambar 3 dan Gambar 5 terlihat bahwa secara sistematis semakin lama proses *milling* maka magnetisasi remanen dan koersivitas magnet cenderung menurun, mengindikasikan bahwa proses *milling* dapat berdampak pada kerusakan struktur kristal serta meningkatnya *internal strain* yang dapat menyebabkan perubahan sifat kemagnetan suatu bahan. Hubungan lama waktu *milling* terhadap magnetisasi remanen dapat dilihat pada Gambar 6 dan hubungan proses *milling* terhadap *strain* internal bahan yang ditentukan menggunakan persamaan (1) [6] dapat dilihat pada Gambar 7.

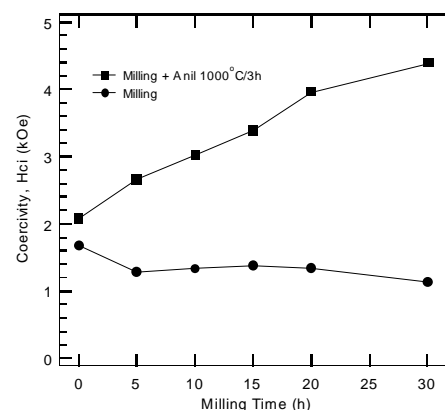
Pada Gambar 6 terlihat bahwa semakin lama proses *milling* secara sistematis maka magnetisasi remanen cenderung turun, yaitu sekitar 42,5 emu/gram sebelum proses *milling* dan sekitar 8,16 emu/gram setelah proses *milling* 30 jam, dan setelah melalui proses *annealing* pada suhu 1000°C selama 3 jam maka magnetisasi remanen cenderung kembali seperti sebelum proses *milling* yaitu sekitar 43 emu/gram. Ini menunjukkan bahwa proses *annealing* telah membentuk kembali sistem fasa barium heksaferit ($BaO \cdot 6Fe_2O_3$) yang terdeformasi akibat proses *milling* seperti sebelum proses *milling* namun dengan ukuran kristalin yang tetap semakin halus [9,10].

Begitu juga dengan *strain internal* bahan seperti terlihat pada Gambar 7 bahwa lamanya proses *milling* dapat meningkatkan *strain internal* bahan yang terjadi dan proses *annealing* pada suhu 1000°C selama 3 jam dapat mengembalikan *strain internal* bahan seperti sebelum bahan mengalami proses *milling*, ini ada kesesuaian dengan kurva *Williamson-Hall* yaitu hasil proses *milling* terhadap bahan MgO dan Al_2O_3 [11].



Gambar 7. Kurva hubungan waktu *milling* terhadap *strain* internal bahan

Pada kurva histeresis Gambar 3 dan Gambar 5 ini juga memperlihatkan hubungan lama proses *milling* terhadap nilai koersivitas intrinsik (H_{ci}) suatu bahan seperti Gambar 10,



Gambar 8. Kurva hubungan waktu *milling* terhadap koersivitas intrinsik

Disini terlihat bahwa semakin lama proses *milling* maka nilai koersivitas magnet suatu bahan cenderung menurun yaitu sekitar 1,68 kOe sebelum proses *milling* dan 1,13 kOe setelah proses *milling* 30 jam, ini

memungkinkan ada kaitannya dengan penambahan fasa yang bersifat non-magnetik. Untuk memperbaiki struktur kristal dan rekonstruksi bahan akibat proses *milling* ini, dapat dilakukan melalui proses *annealing* [4,11], sehingga terlihat adanya peningkatan nilai koersivitas intrinsik terhadap selang waktu *milling* setelah melalui proses *annealing* pada suhu 1000°C selama 3 jam yaitu sekitar 2,09 kOe sebelum proses *milling* dan sekitar 4,39 kOe setelah *milling* 30 jam.

KESIMPULAN

Dari analisis hasil penelitian dan pembahasan yang telah dilakukan, maka dapat disimpulkan :

1. Pengaruh proses *milling* menggunakan *high-energy milling* dapat menyebabkan deformasi terhadap sistem fasa barium heksaferit.
2. Penggunaan *high-energy milling* pada penelitian ini tidak menunjukkan adanya abrasi dari wadah sampel maupun bola sewaktu proses *milling* dilakukan.
3. Dari proses *milling* didapatkan nilai koersivitas intrinsik 1,68 kOe sebelum proses *milling* dan 1,13 kOe setelah proses *milling* 30 jam serta nilai magnetisasi remanen 42,5 emu/gram sebelum proses *milling* dan 8,16 emu/gram setelah proses *milling* 30 jam.
4. Pengaruh proses *milling* setelah dilakukan proses *annealing* pada suhu 1000°C selama 3 jam dapat meningkatkan sifat magnetik bahan barium heksaferit terutama nilai koersivitas intrinsik dari 2,09 kOe sebelum proses *milling* dan 4,39 kOe setelah proses *milling* 30 jam, namun nilai magnetisasi remanen tidak terjadi perbedaan yang banyak dibandingkan sebelum proses *milling* yaitu sekitar 43 emu/gram.

UCAPAN TERIMAKASIH

Terimakasih kami ucapkan kepada ibu Dra. Mujamilah, M.Si yang telah membantu untuk pengambilan data tentang sifat magnetik bahan dengan peralatan *Vibrating Sample Magnetometer* (VSM) yang ada di bidang bahan maju Puslitbang Iptek Bahan-BATAN, Kawasan Puspipstek Serpong Tangerang.

DAFTARACUAN

- [1]. MENDOZA-SUÁREZ, G., MATUTES-AQUINO, J.A., ESCALANTE-GARCÍA, J.I., MANCHA-MOLINAR, H., RÍOS-JARA, D., and JOHAL, K.K., *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, (2001) 55-62
- [2]. KOJIMA, H., *Ferromagnetic Materials*, 3 (3) Ed. E.P. WOHLFARTH, North-Holland Publishing Company, Amsterdam, (1982) 305-392

- [3]. GUOZHONG CAO, *Nanostructure and Nanomaterials, Synthesis, Properties and Applications*, Imperial College Press, University of Washington, USA, (2003)
- [4]. KERSCHL, P., GRÖSSINGER, R., KUSSBACH, C., SATO-TURTELLI, R., MÜLLER, K.H., and SCHULTZ, L., *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, in press, (2001)
- [5]. CULLITY, B.D., *Introduction to Magnetic Materials*, University of Notre Dame, Addison-Wesley Publishing Company, Inc, (1972)
- [6]. YONGSHENG LIU, JINCANG ZHANG, LIMING YU, GUANGQIANG JIA, CHAO JING, SHIXUN CAO, *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 285, (2005) 138-144
- [7]. 8000 M MIXER/MILL, *Operating Manual*, SPEX CertiPrep, Inc., 203 Norcross Ave, Metuchen, New Jersey
- [8]. JCPDS-International Centre for Diffraction Data, PDF# 43-0002, PCPDFWIN v.1.30, (1997)
- [9]. RIDWAN, GRACE TJ. SULUNGBUDI dan MUJAMILAH, Efek Metode Sintesis Terhadap Sifat Magnet Bahan Barium Haxaferrite, *Prosiding Pertemuan Ilmiah IPTEK Bahan 2004*, (2004) 251-256
- [10]. RIDWAN, GRACE TJ. SULUNGBUDI dan MUJAMILAH, *Jurnal Sains Materi Indonesia*, 6 (2), (2005) 6-10
- [11]. CULLITY, B.D. and STOCK, S.R., *Elements of X-Ray Diffraction*, 3rd, Addison-Wesley Publishing Company, Inc, London, (1978)

TANYAJAWAB

Sumarjianto, Universita Indonesia (UI)

Pertanyaan

1. Apakah ada pengaruh penumbuhan struktur kristal bila hanya proses *milling* dan pemanasan saja tanpa disertai *annealing*

Jawaban

1. Dalam percobaan ini arti pemanasan sama saja dengan *annealing*