

# PEMBUATAN MAGNET PERMANEN BARIUM HEKSAFERIT BERBAHAN BAKU *MILL SCALE* DENGAN TEKNIK METALURGI SERBUK

Arie Fiandimas dan Azwar Manaf

Departemen Fisika, FMIPA, Universitas Indonesia

Kampus UI, Depok 16424

## ABSTRAK

**PEMBUATAN MAGNET PERMANEN BARIUMHEKSAFERIT BERBAHAN BAKU *MILL SCALE* DENGAN TEKNIK METALURGI SERBUK.** Telah dilakukan pembuatan fasa magnetik  $\text{BaO} \cdot 6(\text{Fe}_2\text{O}_3)$  dari serbuk *mill scale* yang telah mengalami proses oksidasi dan serbuk  $\text{BaCO}_3$  melalui teknik *powder metallurgy*. Berdasarkan pengukuran XRD, *mill scale* terdiri dari fasa  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  dan  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  setelah oksidasi pada suhu  $900^\circ\text{C}$  selama 1 jam, *mill scale* menjadi material fasa tunggal  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  menjadikan material ini sebagai salah satu komponen penyusun senyawa magnetik  $\text{BaO} \cdot 6(\text{Fe}_2\text{O}_3)$  untuk pembuatan magnet permanen barium heksaferit. Penghalusan serbuk *mill scale* dilakukan dengan *ball mill*. Ditemukan bahwa lama waktu *milling* 10 jam menghasilkan distribusi ukuran serbuk yang cukup baik  $< 1 \text{ mm}$  dengan nilai rata-rata  $\sim 0,5 \mu\text{m}$  mendekati ukuran partikel berdomain tunggal ( $0,49 \mu\text{m}$ )  $\text{BaO} \cdot 6(\text{Fe}_2\text{O}_3)$ . Densitas magnet permanen tertinggi yang dicapai melalui tahapan *sintering* hanya  $\sim 78\%$  dinilai masih terlalu rendah untuk menjadikan sampel sebagai magnet permanen yang baik. Berdasarkan pengukuran magnetisasi sisa (remanen), nilai terukur hanya  $\sim 0,4 \text{ kG}$  jauh lebih rendah dengan nilai sekarang yaitu  $1,8 \text{ kG}$ . Disimpulkan bahwa meskipun telah berhasil terbentuk fasa magnetik  $\text{BaO} \cdot 6(\text{Fe}_2\text{O}_3)$ , namun, disebabkan porositas yang relatif tinggi, nilai remanen terukur dari sampel hanya  $22\%$  dari nilai ekspektasi.

**Kata kunci :** *Mill scale*, barium heksaferit, metalurgi serbuk, magnet permanen

## ABSTRACT

**SINTHESES OF BARIUM HEXAFERRITE PERMANENT MAGNET *MILL SCALE* MATERIALS FORMED BY POWDER METALLURGY.** A magnetic phase for  $\text{BaO} \cdot 6(\text{Fe}_2\text{O}_3)$  based materials has been successfully formed by *Powder Metallurgical* technique of mixed powders between  $\text{BaCO}_3$  and *mill scale*. Phase identification to the *mill scale* materials by means of XRD measurement indicated that the *mill scale* is a two phase materials that consisted of  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  and  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ . After oxidation process at temperature of  $900^\circ\text{C}$  for 1 hour, *mill scale* of single phase material was obtained and therefore the material can be utilized as a component of  $\text{BaO} \cdot 6(\text{Fe}_2\text{O}_3)$  for permanent magnet fabrication. Size refinement of *mill scale* powders was done under milling process by a planetary ball mill. It was found that after a milling process for 10 hours, the size distribution was getting narrow of  $< 1 \text{ mm}$  particle size with the average of  $\sim 0,5 \mu\text{m}$  that is very near to the critical size of single domain particle ( $0,49 \mu\text{m}$ ) for  $\text{BaO} \cdot 6(\text{Fe}_2\text{O}_3)$ . However, density of most magnet samples even though after sintering step was achieved only  $\sim 78\%$  of the theoretical value, which is too low to be good magnet samples. Referring to measurement for remanent magnetizing of the samples, the value for most samples only  $\sim 0,4 \text{ kG}$  that is much lower than that of literature one ( $1,8 \text{ kG}$ ). It is concluded that although the magnetic phase of  $\text{BaO} \cdot 6(\text{Fe}_2\text{O}_3)$  was successfully synthesized, however, due to the porosity level in the magnet, the remanent magnetizing for the magnet was only  $22\%$  of the expected value.

**Key words :** *Mill scale*, barium hexaferrite, powder metallurgy, permanent magnet

## PENDAHULUAN

Oksida besi saat ini masih merupakan material yang kurang dimanfaatkan secara komersial di Indonesia. *Mill scale* yang sampai sekarang masih merupakan limbah buangan dari industri baja. Terutama, industri-industri baja yang memproduksi lembaran baja dari *billet* baja tidak dapat lepas dari limbah ini.

Oksida besi ini terbentuk dari proses oksidasi yang terjadi di permukaan *billet* yang dihasilkan dari

mesin cetakan kontinyu dan selama proses pembentukan lembaran. Saat proses transportasi ataupun proses manufaktur, sebagian besar oksida-oksida besi yang berbentuk serpihan ini terlepas dari permukaan *billet*.

Pada penelitian sebelumnya, telah diketahui bahwa *mill scale* memiliki unsur penyusun utama yaitu Fe (besi). Kandungan Fe (besi) di dalam *mill scale* ditaksir mencapai  $94\%$ . Namun penyusun utama ini tidak berdiri

sendiri, melainkan berbentuk senyawa-senyawa oksida besi yang terdiri dari fasa-fasa  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  (*hematite*),  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  (*magnetite*) dan  $\text{FeO}$  (*wustite*) [1]. Banyaknya kandungan oksida besi di dalam limbah ini menyebabkan untuk aplikasi material magnet, dalam hal ini magnet permanen barium heksaferit.

Pada aplikasinya, *mill scale* yang awalnya merupakan material multi fasa harus mengalami perlakuan panas yang akan mengubahnya menjadi material fasa tunggal  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ . Untuk selanjutnya, *mill scale* yang telah melalui perlakuan panas ini akan dimanfaatkan sebagai bahan utama pembuatan magnet permanen barium heksaferit. Proses pembuatan ini menggunakan teknik *powder metallurgy*. Dengan teknik ini, serbuk  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  dicampurkan dengan serbuk  $\text{BaCO}_3$  yang kemudian ditekan pada cetakan. Hasil cetakan dipanaskan pada tungku atau *furnace* pada suhu tertentu untuk membentuk fasa baru barium heksaferit.

Penelitian ini bertujuan untuk mempersiapkan material magnet permanen dengan fasa utama  $\text{BaO} \cdot 6(\text{Fe}_2\text{O}_3)$  dengan teknik *powder metallurgy* dan mempelajari hubungan antara ukuran serbuk terhadap sifat fisis dan strukturmikro magnet ferit.

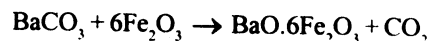
## METODE PERCOBAAN

Bahan utama, *mill scale*, yang digunakan pada penelitian ini diperoleh dari suatu industri baja yang berupa serpihan. *Mill scale* dihaluskan terlebih dahulu dengan menggunakan *disk mill* selama kurang lebih 60 detik agar diperoleh serbuk halus yang lolos saring 45  $\mu\text{m}$ , setelah sebelumnya ditentukan kandungan senyawa dengan *X-Ray Diffraction* (XRD). Serbuk yang telah lolos saring 45  $\mu\text{m}$ , selanjutnya disebut sampel A, kemudian dihaluskan lagi dengan menggunakan *ball mill* dengan waktu yang bervariasi 1 jam (sampel B), 3 jam (sampel C), 5 jam (sampel D) dan 10 jam (sampel E). Penghalusan dengan *ball mill* dilakukan dengan menggunakan 8 bola baja besar dan 6 bola baja kecil untuk tiap wadah. Kemudian serbuk-serbuk tersebut diuji dengan *Particle Size Analyzer* (PSA) guna memperoleh distribusi ukuran partikelnya.

Proses selanjutnya, yaitu pembentukan fasa  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  yang dilakukan dengan oksidasi material *mill scale* yang telah dihaluskan di dalam *furnace* dengan suhu 900 °C selama 1 jam, sesuai dengan preparasi terdahulu [2]. Setelah dioksidasi selama 1 jam serbuk *mill scale* kemudian didinginkan dengan metode *furnace cooling*. Kemudian material *mill scale*, baik yang telah dioksidasi maupun yang belum, diidentifikasi fasanya dengan menggunakan XRD. Hal ini dilakukan untuk melihat dan memastikan fasa-fasa yang terkandung di dalam *mill scale* dan fasa yang telah terbentuk. Untuk mewakilinya, masing-masing serbuk baik sebelum maupun setelah dioksidasi, hanya serbuk sampel A dan sampel E yang diukur. Radiasi yang digunakan alat ini adalah  $\text{Co K}_\alpha$  ( $\lambda=1,7889 \text{ \AA}$ ), metode pengukuran *continuous scan*

dengan waktu pengukuran 1 detik per lebar jangkauan sudut 0,02° pada kondisi kerja tegangan 40 kV dan arus 35 mA.

Setelah diperoleh fasa tunggal  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ , maka dilakukan pencampuran dengan  $\text{BaCO}_3$ , yang diperoleh dari *Merck* dengan grade analitis, serta zat aditif  $\text{SiO}_2$ , yang diperoleh dari *Merck* dengan grade analitis. Sebelum dicampurkan, semua serbuk dipersiapkan berat masing-masing dengan stokiometrik sesuai persamaan :



Proses ini dilakukan di dalam suatu wadah yang diisi dengan cairan aseton. Kemudian campuran tersebut diaduk hingga cairan aseton menguap. Diasumsikan setelah mengalami tahapan ini campuran merupakan campuran yang homogen. Selanjutnya serbuk campuran  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  dan  $\text{BaCO}_3$  dicetak dengan menggunakan cetakan dan alat penekan. Serbuk campuran diletakkan di dalam cetakan berdiameter 8 mm. Kemudian cetakan yang telah berisi serbuk campuran diletakkan di dalam alat penekan dan diberi gaya tekan bervariasi 0,5-1,5 Ton. Untuk serbuk sampel A, pemadatan diperoleh setelah diaplikasikan gaya sebesar  $\pm 0,5$  Ton. Adapun untuk serbuk sampel B dan C diperlukan gaya sebesar  $\pm 1$  Ton. Sedangkan untuk serbuk sampel D dan E, diperlukan gaya sebesar  $\pm 1,5$  Ton. Lama penekanan yang dibutuhkan untuk proses pemadatan masing-masing serbuk sekitar 5-10 detik. Hasil pencetakan ini disebut *green compact* atau bakalan muda yang memiliki densitas  $\approx 80\%$  [3].

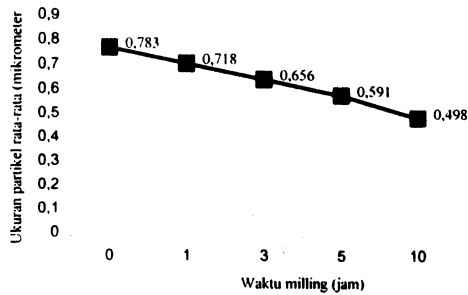
Untuk membentuk fasa barium heksaferit, *green disinter* di dalam dapur dengan suhu 1100 °C [1]. Metode pendinginan yang diaplikasikan adalah metode pendinginan udara. Kemudian fasanya diidentifikasi dengan menggunakan XRD. Permukaan sampel barium heksaferit yang telah terbentuk kemudian dihaluskan dengan menggunakan mesin *polishing*. Secara bertahap, permukaan sampel dihaluskan dengan ampelas berukuran 400 CW, 1000 CW, 1500 CW, 2000 CW dan beludru yang diaplikasikan dengan alumina cair. Kemudian untuk memastikan kehalusannya digunakan mikroskop optik. Kemudian dilakukan pengevaluasian fisis dari sampel barium heksaferit padatan tersebut, yaitu: penentuan nilai kerapatan, yang menggunakan prinsip *Archimedes*, dan foto sampel dengan *Scanning Electron Microscope* (SEM) JEOL JSM-5310 LV.

Untuk memagnetisasi sampel padatan barium heksaferit agar menjadi magnet permanen maka digunakan alat efek *Zeeman*. Alat ini terdiri dari dua kumparan kawat yang dialiri arus listrik. Alat ini mampu menghasilkan medan magnet luar sebesar 1 Tesla atau 10 kG. Sebelum penggunaan, dilakukan persiapan alat dan disambungkan dengan catu daya. Kemudian sampel yang akan dimagnetisasi diletakkan diantara dua buah penjepit yang digunakan untuk menaruh atau menjepit sampel di antaranya. Lalu medan magnet luar diaplikasikan pada sampel tersebut [2]. Setelah terbentuk sampel magnet maka dilakukan pengukuran magnetisasi sisa pada sampel dengan menggunakan alat *Gaussmeter*.

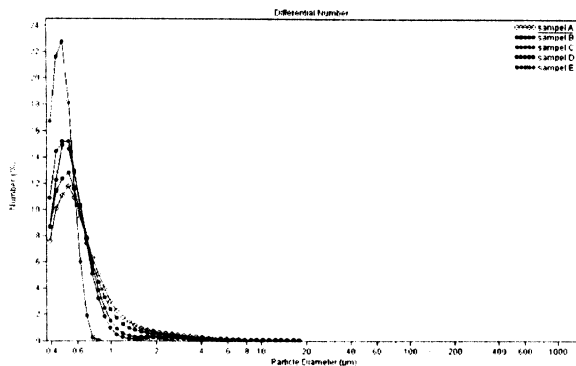
## HASIL DAN PEMBAHASAN

### Distribusi Ukuran Partikel

Pada Gambar 1, diperlihatkan grafik hubungan antara waktu penghalusan (*milling*) dengan ukuran partikel rata-rata, yang dievaluasi dari distribusi ukuran partikel berdasarkan pengujian dengan PSA sebagaimana diperlihatkan pada Gambar 2.



Gambar 1. Grafik hubungan ukuran partikel rata-rata ( $\mu\text{m}$ ) dengan waktu *milling* (jam)



Gambar 2. Grafik distribusi ukuran partikel material *mill scale*

Waktu *milling* yang lebih lama telah menyebabkan penurunan ukuran rata-rata serbuk secara progresif sampai dengan batas terkecil yang mampu diukur oleh alat ( $0,4 \mu\text{m}$ ). Sebagaimana diperlihatkan pada Gambar 1 tersebut dengan waktu *milling* 10 jam, telah terjadi penurunan ukuran dari  $\sim 0,82 \mu\text{m}$  menjadi  $\sim 0,50 \mu\text{m}$ . Perlu juga diperlihatkan hasil pengujian, sebagaimana terlihat pada Gambar 6, waktu *milling* yang lebih lama menyebabkan pergeseran distribusi ukuran partikel dari jangkauan ukuran  $0,4 \mu\text{m}$  sampai dengan  $4 \mu\text{m}$  untuk waktu *milling* yang lebih pendek menjadi  $0,4 \mu\text{m}$  sampai dengan  $0,8 \mu\text{m}$  untuk waktu *milling* yang lebih panjang (sampel E). Sampel E sebagai hasil *milling* dengan waktu *milling* 10 jam memperlihatkan fraksi serbuk dengan ukuran rata-rata ( $\sim 0,5 \mu\text{m}$ ) mencapai 23 % yaitu jauh lebih tinggi dibandingkan dengan sampel yang lain, yaitu hanya 12 – 15 % untuk ukuran rata-rata yang hampir sama.

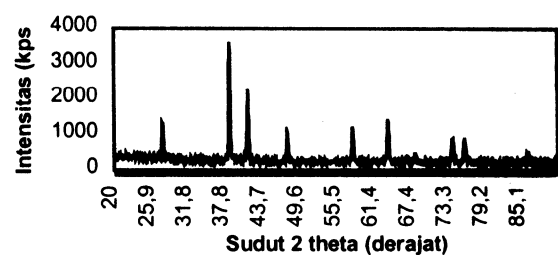
Hasil pengujian Gambar 6 tersebut menyimpulkan bahwa waktu *milling* yang efektif untuk  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  agar diperoleh distribusi ukuran yang lebih sempit dengan fraksi ukuran rata-rata yang terbesar dicapai dengan

waktu *milling*  $\geq 10$  jam. Perlu diketahui bahwa untuk mendapatkan sampel magnet permanen melalui teknik *powder metallurgy*, ukuran serbuk yang akan dikonsolidasi harus kurang lebih sama dengan ukuran partikel berdomain tunggal (*single domain particle*) untuk material  $\text{BaO} \cdot 6(\text{Fe}_2\text{O}_3)$  adalah sebesar  $0,6 \mu\text{m}$  [4].

### Identifikasi Fasa Material

Pada Gambar 3, diperlihatkan pola difraksi sinar-X dari material *mill scale* baku yang belum diberikan perlakuan. Pola difraksi XRD untuk sampel ini memiliki 18 buah puncak difraksi yang telah berhasil diidentifikasi, Tabel 1. *Mill scale* tersebut ternyata terdiri dari fasa  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  dan  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ , tidak terdeteksi hadirnya fasa FeO. Hasil ini menunjukkan bahwa *mill scale* tersebut sangat kaya dengan fasa  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ . Berdasarkan hasil evaluasi, fraksi berat fasa yang ada di dalam *mill scale*, secara perhitungan manual [5], diperoleh fraksi berat  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  sebesar 99,71 % dan  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  0,29 %. Namun, hasil perhitungan yang diperoleh ini bertolak belakang dengan percobaan.

Berdasarkan percobaan, kemampuan alat hanya mampu mendeteksi fraksi berat minimal 4 %. Oleh karena itu, maka dapat ditarik sebuah asumsi bahwa kandungan  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  pada sampel material *mill scale* yang digunakan pada penelitian kali ini memiliki fraksi berat mencapai 96 %. Fraksi berat  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  yang ada di dalam *mill scale* pada penelitian kali ini jelas lebih tinggi dibandingkan dengan *mill scale* yang digunakan oleh peneliti terdahulu [2] yang hanya 53,64 %. Tingginya kandungan  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  dimungkinkan karena *mill scale* yang digunakan merupakan hasil proses *pickling* yang telah dilakukan industri baja yang telah menghasilkannya [6]. Proses ini dilakukan untuk menghilangkan *mill scale* dari produk-produk baja perusahaan tersebut.

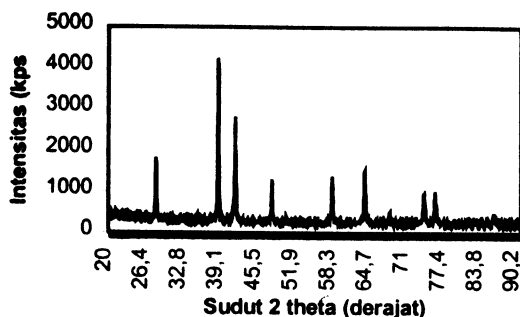


Gambar 3. Grafik pola difraksi sinar X material *mill scale*

Gambar 4, menunjukkan pola difraksi sinar-X dari *mill scale* sampel A yang telah mengalami *pre-milling* atau penghalusan singkat. Tampak bahwa puncak-puncak difraksinya lebih tajam dari gambar pola difraksi sinar-X sebelumnya. Namun, perlu diperhatikan bahwa dari pola difraksi sampel E yaitu setelah sampel mengalami perlakuan *milling* yang lebih lama, yaitu 10 jam, puncak-puncak difraksi fasa  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  sudah tidak lagi muncul dan semua puncak difraksi berasal dari fasa  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ . Dengan perkataan lain, selama proses *milling*

Tabel 1. Identifikasi pola difraksi sinar X material mill scale

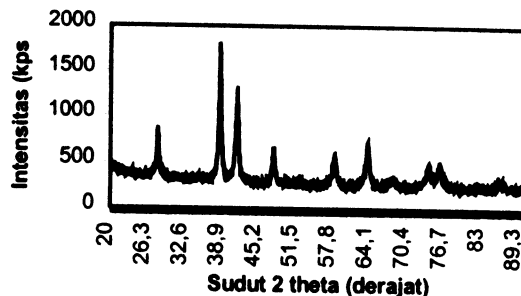
Nomor puncak	d		Fasa	Hkl
	Pengukuran	File		
1	3,72381	3,6548	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0 1 2
2	2,99506	2,9687	Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub>	2 2 0
3	2,71478	2,6769	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	1 0 4
4	2,53086	2,5317	Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub>	3 1 1
5	2,21329	2,1904	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	1 1 3
6	2,11802	2,0992	Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub>	4 0 0
7	2,10724	2,0992	Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub>	4 0 0
8	2,10102	2,0992	Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub>	4 0 0
9	2,08344	2,0992	Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub>	4 0 0
10	1,84403	1,8274	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0 2 4
11	1,69665	1,6808	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	1 1 6
12	1,61861	1,6160	Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub>	3 3 3
13	1,59996	1,5918	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	1 2 2
14	1,48678	1,4843	Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub>	4 4 0
15	1,45451	1,4438	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	3 0 0
16	1,34960	1,3384	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	2 0 8
17	1,31011	1,2993	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	1 0 10
18	1,25907	1,2504	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	2 2 0



Gambar 4. Grafik pola difraksi sinar X material sample A (pre milling)

selama 10 jam tersebut telah terjadi proses oksidasi terutama terhadap perubahan Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> menjadi Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, sehingga fraksi berat dapat mencapai 100 % (dengan ketidakpastian 4 %). Hal ini diperlihatkan oleh Gambar 5.

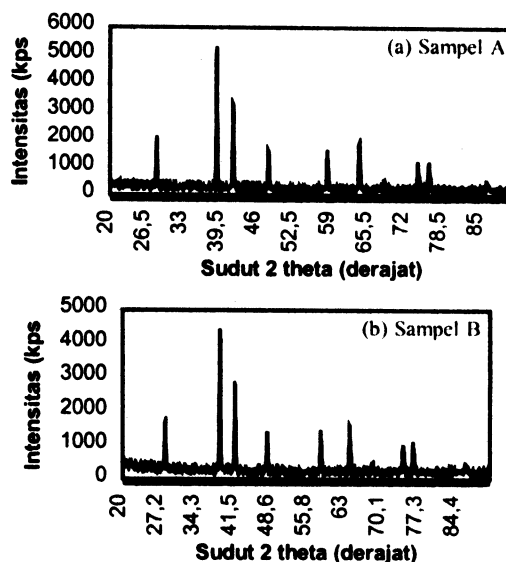
Hal ini dimungkinkan karena pada proses *milling* terjadi gesekan-gesekan antara material, bola-bola baja dan dinding *ball mill*, yang dapat menghasilkan panas di dalam wadah *ball mill*. Panas ini tampaknya cukup untuk mengubah fasa Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> menjadi fasa Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. Namun puncak-puncaknya terlihat masih terlalu pendek, atau intensitas yang rendah dan puncak yang melebar menunjukkan bahwa fasa Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> di dalam *mill scale* hadir dalam bentuk kristal-kristal yang halus. Hal ini dipertegas kembali dengan serbuk yang sama setelah mengalami perlakuan panas pada suhu 900 °C dimana tidak terdapat lagi puncak-puncak Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> sebagaimana pola difraksi sebelumnya, serta hadirnya puncak-puncak difraksi yang relatif lebih tajam karena telah terjadi penumbuhan kristal (*grain growth*) sebagaimana diperlihatkan pada Gambar 6(a) yang menampilkan grafik pola difraksi sampel A



Gambar 5. Grafik pola difraksi sinar X material sampel E

yang telah mengalami perlakuan panas. Semua puncak-puncaknya telah diidentifikasi dengan baik sebagai fasa Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>.

Sedangkan Gambar 6(b), menunjukkan grafik pola difraksi sinar X sampel E yang telah mengalami perlakuan panas dengan suhu 900 °C. Pada sampel ini, Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> telah terbentuk dengan baik yang ditunjukkan oleh hasil identifikasinya. Hal ini dipertegas kembali dengan serbuk yang sama setelah mengalami perlakuan panas pada suhu 900°C dimana tidak terdapat lagi puncak-puncak Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> sebagaimana pola difraksi sebelumnya, serta hadirnya puncak-puncak difraksi yang relatif lebih tajam karena telah terjadi penumbuhan kristal (*grain growth*) sebagaimana diperlihatkan pada Gambar 6(a) yang menampilkan grafik pola difraksi sampel A yang telah mengalami perlakuan panas. Semua puncak-puncaknya telah diidentifikasi dengan baik sebagai fasa Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. Sedangkan Gambar 6(b), menunjukkan grafik pola difraksi sinar X sampel E yang telah mengalami perlakuan panas dengan suhu 900 °C. Pada sampel ini, Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> telah terbentuk dengan baik yang ditunjukkan oleh hasil identifikasinya.



Gambar 6. Grafik pola difraksi sinar-X setelah mengalami perlakuan panas 900°C selama 1 jam

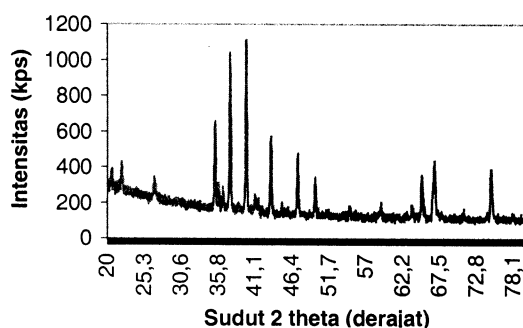
### Magnet Permanen Barium Heksaferit

Pada Gambar 7, diperlihatkan pola difraksi dari sampel magnet permanen BaO.6(Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) yang

dipersiapkan melalui pencampuran serbuk BaCO<sub>3</sub> dan oksidasi sampel *mill scale* setelah melewati tahapan-tahapan teknik *powder metallurgy*. Kerapatan dari sampel magnet, dari sampel A hingga sampel E menunjukkan nilai yang kurang konsisten (Tabel 2). Dimulai dari sampel A, kerapatannya sekitar 4,08 g/cm<sup>3</sup> atau 77 % dari nilai densitas teoritis lalu pada sampel B kerapatannya naik menjadi 4,14 g/cm<sup>3</sup> atau 78 % seiring naiknya jumlah partikel yang berukuran lebih kecil. Akan tetapi pada sampel C, kerapatannya malah mengalami penurunan yang cukup drastis menjadi 3,63 g/cm<sup>3</sup> atau 68 % yang nilainya tidak jauh berbeda dengan kerapatan yang dimiliki oleh sampel D, yaitu sebesar 3,72 g/cm<sup>3</sup> atau 70 %. Pada sampel E nilai kerapatan kembali naik menjadi 4,02 g/cm<sup>3</sup> atau 75 %.

Tabel 2. Hubungan antara tekanan yang diaplikasikan (Ton), densitas (gr/cm<sup>3</sup>) dan remanen (Gauss)

Sampel	Tekanan (Ton)	Densitas (gr/cm <sup>3</sup> )	Remanen (Gauss)
A	0,5	4,08	373,84 ± 07,63
B	1,0	4,14	442,49 ± 25,30
C	1,0	3,63	307,15 ± 53,03
D	1,5	3,72	359,23 ± 03,86
E	1,5	4,02	370,80 ± 10,30



Gambar 7. Grafik pola difraksi sinar X sampel magnet permanen barium heksaferit dengan suhu *sintering* 1100 °C selama 10 jam

Naik turunnya nilai kerapatan tersebut diyakini dipengaruhi oleh tekanan yang diaplikasikan pada saat membuat sampel magnet serta distribusi ukuran partikel. Pada saat pembuatannya, diaplikasikan tekanan antara 0,5-2 ton dengan waktu penahanan saat ditekan 5-10 detik. Pada sampel A diaplikasikan tekanan sebesar ±0,5 ton. Sedangkan untuk sampel B diaplikasikan tekanan sebesar 1 ton. Kenaikan harga tekanan yang diaplikasikan dikarenakan sampel tidak tercetak dengan baik saat diaplikasikan tekanan yang sama besar dengan sampel A. Sampel C, diaplikasikan tekanan yang sama besar dengan sampel B, yaitu ±1 ton. Adapun sampel D dan E, keduanya diaplikasikan tekanan sebesar ±1,5 ton. Jadi densitas sampel magnet yang mampu diperoleh adalah sekitar 70-78%. Tekanan yang

digunakan memang berbeda dari penelitian terdahulu karena pada penelitian kali ini digunakan cetakan yang lebih kecil diameternya (8 mm).

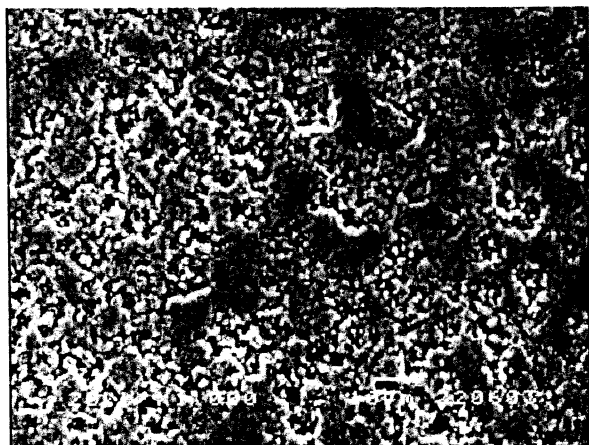
Disamping hal tersebut di atas, makin kecil ukuran partikel rata-rata atau makin banyak partikel yang berukuran kecil maka makin berkurang dengan cepat pula densitas yang terbentuk. Hal ini dimungkinkan karena sampel tidak dapat meloloskan udara yang terjebak di dalamnya selama terjadi proses penekanan yang menyebabkannya menjadi lebih rumit dalam penanganannya saat proses penekanan [3].

Berdasarkan literatur [3] agar diperoleh sampel dengan densitas mendekati 100% diperlukan bakalan dengan densitas ~80 %. Densitas penuh sampel yaitu ~100 % tercapai setelah menjalani proses *sintering* dan *annealing*. Namun dalam penelitian ini, tekanan ~1,5 Ton yang digunakan masih terlalu rendah untuk mencapai densitas ~80 %, bahkan setelah tahapan *sintering* sampel dengan densitas ~80 % tidak tercapai. Inilah kendala utama yang dihadapi pada proses preparasi magnet yaitu tidak tersedianya cetakan yang mampu menahan tekanan untuk membuat sampel dengan densitas ~80 % sebelum *sintering*.

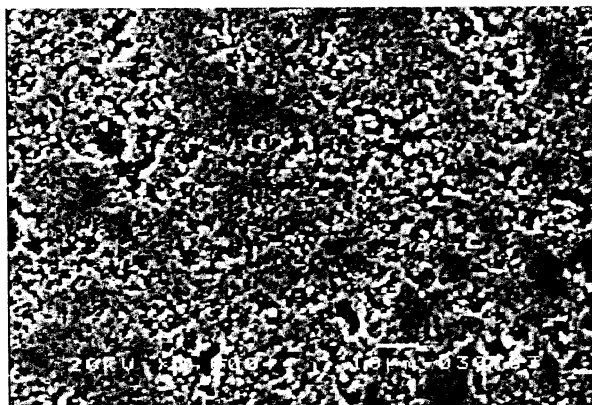
Kerapatan yang rendah dari sampel-sampel ini dapat dilihat lebih lanjut pada hasil foto SEM untuk membandingkannya. Pada hasil foto SEM untuk sampel C, Gambar 8(b), dapat terlihat bahwa masih terdapat fraksi porositas yang cukup besar. Pada sampel B, Gambar 8(a), yaitu foto mikro dari sampel dengan nilai kerapatan yang relatif lebih baik. Pada Gambar 8(b) tersebut, terlihat porositas-porositas (berwarna hitam). Pada gambar ini, dapat dipahami pula bahwa sampel juga belum terbentuk dengan baik karena pada sisi sebelah kanan atas gambar terlihat permukaannya hampir tidak terdapat porositas, sedangkan pada sisi sebelah kiri terdapat porositas yang lebih banyak lagi jumlahnya. Jadi dapatlah diduga pada sampel ini proses difusi, agar terjadi proses gabungan dari satu butir serbuk dengan serbuk yang lain, belum berjalan sempurna atau dapat dikatakan bahwa sampel ini memerlukan kerapatan yang lebih tinggi atau waktu densifikasi yang lebih lama.

Rendahnya nilai kerapatan dapat pula disebabkan oleh rendahnya suhu yang diaplikasikan pada saat proses *sintering*. Misalnya dengan mengacu pada hasil pencitraan foto SEM (Gambar 8), suhu maupun lama penahanan pada saat *sintering* kurang maksimal pengaplikasiannya. Suhu berdasarkan penelitian sebelumnya [3] seharusnya dilakukan pada suhu 1200 – 1250 °C, sehingga akan terbentuk kerapatan diatas 90 %. Namun hal ini tidak dapat dilakukan pada penelitian karena keterbatasan alat *furnace* yang memiliki suhu maksimum operasional adalah sebesar 1200 °C. Dengan menggunakan suhu yang seharusnya maka volume sampel diharapkan berkurang 2/3 dari volume sebelumnya [3]. Sedangkan proses pendinginan yang dilakukan adalah pendinginan udara karena proses

pendinginan ini diharapkan mampu menghalangi terjadinya pertumbuhan butir dibandingkan pendinginan di dalam *furnace*. Setelah tahapan densifikasi dengan *sintering*, masih diperlukan tahapan *annealing* untuk memperbaiki strukturmikro sampel.



(a) Sampel B



(a) Sampel C

Gambar 8. Hasil foto SEM dengan perbesaran 1000 X

Evaluasi sifat kemagnetan hanya dapat dilakukan terhadap remanen magnetisasi yang diringkas pada Tabel 2. Dari data ini dapat dikatakan bahwa remanen sangat bergantung nilainya dengan kerapatan. Oleh karena itu, hanya akan dibahas sampel-sampel magnet yang memiliki besar kerapatan yang cukup ekstrim, yaitu sampel B dan C. Nilai remanen yang terlihat pada data ini menunjukkan bahwa semakin rapat suatu sampel, dapat diartikan porositasnya semakin kecil, maka akan semakin besar nilai remanennya. Hal ini dikarenakan pada saat magnetisasi sampel, porositas yang berisi udara akan memberikan medan balik. Karena medan merupakan suatu vektor maka magnet total dari sampel yang tersisa didalamnya akan mengalami pengurangan. Remanen yang terendah adalah remanen sampel C sebesar 0,38 kG. Sedangkan yang tertinggi sebesar 0,44 kG adalah milik sampel B. Nilai remanen ini masih tergolong rendah bila dibandingkan nilai remanen magnet yang saat ini beredar di pasaran yaitu sekitar 1,8 kG [2].

## KESIMPULAN

Dari hasil penelitian ini serta diskusi yang telah diuraikan dapat ditarik kesimpulan sebagai berikut :

1. Telah berhasil dibentuk senyawa magnetik  $BaO.6(Fe_2O_3)$  dengan mencampurkan serbuk  $BaCO_3$  dan *mill scale* yang telah mengalami proses oksidasi. Suhu dan waktu *sintering* yang perlu untuk pembuatan fasa magnetik ini masing-masing adalah  $1100^\circ C$  dan 10 jam yang menghasilkan material fasa tunggal terdiri dari  $BaO.6(Fe_2O_3)$ .
2. Material *mill scale* merupakan campuran antara fasa  $Fe_2O_3$  dan  $Fe_3O_4$  dengan fraksi masing-masing adalah 99,71 % dan 0,29 % menjadikan material ini sebagai material dua fasa. Pada proses oksidasi  $900^\circ C$  selama waktu oksidasi minimal 1 jam diperoleh material besi oksida fasa tunggal berupa  $Fe_2O_3$ .
3. Densitas magnet permanen barium heksaferit yang dibuat memiliki densitas terbilang rendah  $\leq 80\%$  karena penggunaan tekanan yang relatif lebih rendah. Densitas sampel yang rendah ini telah menyebabkan rendahnya nilai remanen magnetisasi yang terukur yaitu  $\sim 0,4$  kG atau 22% lebih rendah dibandingkan remanen magnet permanen barium heksaferit komersial yaitu 1,8 kG.

## UCAPAN TERIMA KASIH

Penulis utama mengucapkan banyak terima kasih kepada Departemen Fisika FMIPA-UI yang telah menyediakan segala fasilitas peralatan selama penelitian berlangsung. Penulis juga berterima kasih kepada QUE project Dept. Fisika dimana penulis mendapat bantuan segala sesuatunya melalui kegiatan proyek grant sehingga penelitian ini dapat diselesaikan dengan baik.

## DAFTAR ACUAN

- [1]. HIDAYAT, R., *Sintesis Senyawa Keramik Magnetik Barium Hexaferrite Dengan Memanfaatkan Mill Scale*, Thesis S2 Program Studi Ilmu Material, Program Pasca Sarjana FMIPA UI, Jakarta, (2002).
- [2]. C., GOOSWYN, *Sintesis Senyawa Barium Hexaferrite Menggunakan Mill Scale (Oksida Besi) Untuk Aplikasi Magnet Permanen*, Skripsi S1, Jurusan Fisika, FMIPA UI, (2003).
- [3]. STÄBLEIN, H., *Hard Ferrites and Plastoferrites in Ferromagnetic Materials*, ed. Wohlfarth, E.P., North Holland, (1982) 443 – 592.
- [4]. KOJIMA, H., *Fundamental Properties of Hexagonal Ferrites in Ferromagnetic Materials*, ed. Wohlfarth, E.P., North Holland, (1982) 307 – 387.
- [5]. SURYANARAYANA, C., NORTON, G.M., *X-Ray Diffraction a Practical Approach*, New York, (1998).
- [6]. PT KRAKATAU STEEL, *Manufacturing Steel Plant*, <http://www.ks.co.id/>, 1Juli 2003, pk.10.00.