

Pembuatan dan Karakterisasi Keramik Magnet BaFe₁₂O₁₉ dengan Variasi Waktu *Milling* dan Temperatur *Sintering*

Syaiful Izzuddin Salam^{1,†}, Edi Sanjaya¹, Muljadi²

¹Program Studi Fisika, Fakultas Sains dan Teknologi, Universitas Islam Negeri Syarif Hidayatullah Jakarta, Jalan. Ir. H. Djuanda No.95, Cempaka Putih, Ciputat, Kota Tangerang Selatan, Banten 15412, Indonesia

²Pusat Penelitian Fisika LIPI, Kawasan Puspiptek, Serpong, Tangerang Selatan, Banten 15314, Indonesia

† shaiful.salam15@mhs.uinjkt.ac.id

Abstrak. Pada penelitian ini, dilakukan pembuatan keramik magnet barium heksaferit (BaFe₁₂O₁₉) dengan variasi waktu *milling* dan temperatur *sintering* dengan metode metalurgi serbuk. Preparasi sampel dimulai dengan menghaluskan serbuk barium heksaferit dengan *rotary ball mill* dengan media air (*wet milling*) dengan waktu 4 jam dan 12 jam. Kemudian, sampel dikeringkan selama 24 jam dan dicetak dengan beban 8 ton selama 1 menit. Sampel yang telah berbentuk pelet lalu disinter pada temperatur 1100 °C dan 1200 °C dengan waktu tahan selama 1 jam. Setelah itu, dilakukan pengukuran densitas dan porositas dengan menggunakan Metode Archimedes, analisis fasa dengan XRD, serta kuat medan magnet dengan menggunakan gaussmeter. Densitas tertinggi terdapat pada sampel yang di-*milling* selama 12 jam dan disinter pada temperatur 1200 °C, yaitu 4,495 gr/cm³. Pada sampel tersebut juga diperoleh nilai porositas terendah, yaitu 0,89 %. Dari hasil XRD, ditemukan fasa pengotor hematit (Fe₂O₃). Dari pengujian kuat medan magnet, sampel dengan kuat medan magnet tertinggi terdapat pada sampel yang di-*milling* selama 4 jam dan disinter pada temperatur 1200 °C yaitu 410,3 G.

Kata Kunci: Barium Heksaferit, Densitas, Fasa, Kuat Medan Magnet, Metalurgi Serbuk

Abstract. In this study, we made ceramic magnet of barium hexaferrite (BaFe₁₂O₁₉) with variation of milling time and sintering temperature by powder metallurgy method. First, barium hexaferrite powder mashed with a rotary ball mill. Milling is done with medium of water (*wet milling*) for 4 hours and 12 hours. Then, the sample is dried for 24 hours and printed with a load of 8 tons for 1 minute. Then, the pellet-shaped sample sintered at a temperature of 1100 °C and 1200 °C with a holding time of 1 hour. The density and porosity measurements were carried out using the Archimedes Method, phase analysis with XRD, and magnetic flux density using gaussmeter. The highest density were found in samples that were milled for 12 hours and sintered at the temperature of 1200 °C ie 4.495 gr/cm³. In that sample also obtained the lowest porosity 0.89%. From XRD analysis, we knew that hematite (Fe₂O₃) was found as impurity phase. From gaussmeter, the samples with the highest magnetic flux density were found in samples that were milled for 4 hours and sintered at a temperature of 1200 °C ie 410.3 G.

Keywords: Barium Hexaferrite, Density, Magnetic Flux Density, Phase, Powder Metallurgy

PENDAHULUAN

Barium heksaferit (BaFe₁₂O₁₉) merupakan salah satu material magnet yang populer di kalangan peneliti dan telah menjadi salah satu bahan baku favorit dalam industri magnet. Barium heksaferit memiliki sifat-sifat unggulan seperti stabil secara kimiawi, tahan korosi, memiliki resistivitas listrik yang tinggi (sekitar 10⁸ Ω cm), memiliki temperatur Curie yang tinggi (725 °C), memiliki anisotropi uniaksial magnetik yang tinggi, memiliki hampir semua syarat sebagai magnet permanen, dan mudah serta murah diproduksi [1, 2]. Barium heksaferit sering dibuat menjadi magnet permanen, komponen-komponen elektronik, penyimpanan data, absorber gelombang elektromagnetik, maupun aplikasi lainnya. Meskipun telah ditemukan berbagai macam material magnet setelah penemuannya pada tahun 1950an, barium heksaferit tetap eksis dalam dunia penelitian dan industri karena sifat-sifatnya serta ketersediaannya yang melimpah di alam.

Saat ini, barium heksaferit telah menjadi barang komersil dan dijual bebas untuk keperluan penelitian dan industri. Bahkan, serbuk barium heksaferit sebagai *raw material* dapat dengan mudahnya diperoleh secara daring. Meskipun telah tersedia dalam bentuk *raw material*, potensi

dari serbuk barium heksaferit masih dapat dikembangkan lebih jauh, misalnya melalui pemberian *dopping* unsur-unsur lain maupun perlakuan pada metode sintesis dan manufakturnya.

Salah satu metode yang populer dalam proses manufaktur material adalah metode metalurgi serbuk. Metode yang tergolong konvensional ini terdiri dari beberapa tahap, yaitu preparasi material, *milling/sizing*, pencetakan, dan sintering. Variasi variabel-variabel dalam setiap tahapan tersebut akan menentukan sifat-sifat material yang dihasilkan. Pada penelitian ini dibuat keramik magnet barium heksaferit dengan metode metalurgi serbuk dari bahan baku serbuk barium heksaferit komersil. Dilakukan variasi pada waktu *milling* dan temperatur *sintering*. Setelah itu dianalisis sifat fisis, fasa yang terbentuk, dan sifat magnetnya.

METODE

Pada tahap preparasi sampel, pertama dilakukan penimbangan serbuk barium heksaferit sebanyak 20 gram untuk masing-masing perlakuan *milling*. Setelah dilakukan penimbangan, serbuk barium heksaferit dimasukkan ke dalam wadah *milling* beserta bola-bola *milling*. Pada penelitian ini, metode yang digunakan adalah *wet milling* dengan ditambahkan media berupa air hingga menutupi serbuk dan bola-bola *milling*. Setelah itu, wadahnya ditutup rapat dan diletakkan pada alat *rotary ball mill*. Pada penelitian ini, dilakukan variasi pada lama waktu proses *milling*, yaitu 4 jam dan 12 jam.

Setelah proses *milling* selesai, dilakukan proses pencetakan untuk memperoleh sampel dalam bentuk pelet. Sebelum dicetak, sampel yang telah di-*milling* dikeringkan terlebih dahulu untuk menghilangkan air yang terkandung saat proses *milling*. Pengeringan dilakukan dengan *Vacuum Dryer* pada temperatur 100 °C selama 24 jam. Setelah dikeringkan, sampel ditimbang kembali sebelum dicetak. Untuk membantu proses pencetakan, ditambahkan polimer Celune sebagai perekat dengan komposisi 5% wt sampel. Sampel yang telah dicampur perekat kemudian dimasukkan ke dalam cetakan berdiameter 1 cm² dan dikompaksi dengan menggunakan *hydraulic press* dengan beban 8 ton selama 1 menit.

Proses selanjutnya adalah *sintering*. Pada penelitian ini, dilakukan variasi pada temperatur *sintering*, yaitu 1100 °C dan 1200°C. *Sintering* dilakukan dengan menggunakan *high temperature furnace* dengan waktu tahan selama 1 jam. Berikut adalah daftar sampel BaFe₁₂O₁₉ yang telah dibuat.

Tabel 1. Daftar sampel BaFe₁₂O₁₉

No.	Kode	Waktu <i>milling</i> (Jam)	Temperatur <i>Sintering</i> (°C)
1	A1	4	1100
2	B1	12	1100
3	A2	4	1200
4	B2	12	1200

Setelah sampel selesai dibuat, tahap berikutnya adalah karakterisasi. Karakterisasi dibatasi pada pengukuran *bulk density* dan porositas, analisa fasa, dan kuat medan magnet (B). pengukuran *bulk density* dan porositas dilakukan dengan Metode Archimedes. Analisa fasa dilakukan dengan menggunakan *X-Ray Diffraction* (XRD) Rigaku tipe *SmartLab* 3 kW yang menggunakan sinar-X karakteristik Cu K α dengan panjang gelombang 1,541862 Å, kemudian dilakukan analisis kuantitatif dengan metode *Rietveld Refinement* menggunakan software *High Score Plus* ver.3.0.5. Kuat medan magnet diukur dengan menggunakan gaussmeter. Sebelum dilakukan pengukuran, sampel terlebih dahulu dimagnetisasi dengan menggunakan impuls *magnetizer* dengan tegangan 1200 volt.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Hasil pengukuran densitas (*bulk density*) dan porositas sampel $\text{BaFe}_{12}\text{O}_{19}$ dapat dilihat pada Tabel 2. Terlihat bahwa densitas sampel yang di-*milling* selama 12 jam lebih tinggi dari densitas sampel yang di-*milling* selama 4 jam, baik untuk sampel yang disinter pada temperatur 1100°C maupun pada temperatur 1200°C . Dapat disimpulkan bahwa semakin lama waktu *milling*, semakin tinggi densitas yang diperoleh. Berkebalikan dengan densitas, nilai porositas semakin rendah jika waktu *milling*-nya semakin lama, baik untuk sampel yang disinter pada temperatur 1100°C maupun pada temperatur 1200°C . Hal ini terjadi karena pada saat *milling*, serbuk $\text{BaFe}_{12}\text{O}_{19}$ terus-menerus mengalami tumbukan dengan bola-bola *milling*. Semakin lama di-*milling*, serbuk akan semakin tergerus akibat menerima energi kinetik bola-bola *milling*, hasilnya ukuran serbuk akan semakin kecil. Kemudian ketika dicetak menggunakan *hydraulic press*, sampel dengan ukuran serbuk lebih kecil akan menyisakan lebih sedikit rongga, sehingga diperoleh sampel yang lebih rapat.

Tabel 2. Hasil pengukuran *Bulk Density* dan porositas sampel $\text{BaFe}_{12}\text{O}_{19}$

Kode Sampel	Waktu <i>milling</i> (Jam)	Temperatur <i>Sintering</i> ($^{\circ}\text{C}$)	Bulk Density (gram/cm ³)	Porositas (%)
A1	4	1100	3.445	6.961
B1	12	1100	4.17	3.72
A2	4	1200	3.996	2.293
B2	12	1200	4.495	0.889

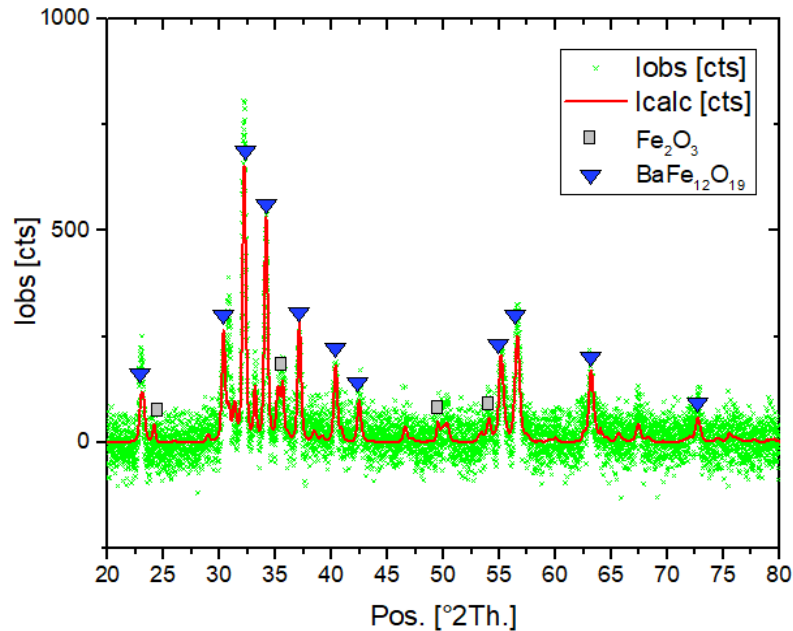
Tabel 2 menampilkan hubungan antara temperatur *sintering* dengan densitas dan porositas. Nilai densitas sampel yang disinter pada temperatur 1200°C lebih tinggi dari nilai densitas sampel yang disinter pada temperatur 1100°C . Sebaliknya, nilai porositas sampel yang disinter pada temperatur 1200°C lebih rendah dari nilai porositas sampel yang disinter pada temperatur 1100°C . Ketika disinter, sampel akan mengalami pemadatan. Permukaan partikel $\text{BaFe}_{12}\text{O}_{19}$ akan saling berdifusi sehingga mengurangi rongga pada sampel. Akibatnya, terjadi penyusutan volume sampel setelah disinter.

Sampel yang di-*milling* selama 4 jam dan disinter pada suhu 1200°C mempunyai nilai densitas yang paling tinggi, yaitu $4,495 \text{ gram/cm}^3$ dan nilai porositas yang paling rendah, yaitu $0,889 \%$. Jika serbuk di-*milling* lebih lama lagi, akan diperoleh nilai densitas maksimum $\text{BaFe}_{12}\text{O}_{19}$, yaitu $5,295 \text{ gram/cm}^3$ [1]. Serbuk dengan waktu *milling* lebih lama dan menghasilkan ukuran partikel yang lebih kecil akan memiliki kekuatan mekanik yang lebih besar, karena luas total permukaan partikel-partikelnya lebih besar.

Ukuran partikel sampel juga berpengaruh terhadap temperatur *sintering* dan laju *sintering*. Pada sampel dengan ukuran partikel yang lebih kecil, kepadatan penuh (*Fully Densification*) dapat dicapai pada temperatur *sintering* yang lebih rendah [3]. Pada penelitian ini, sampel B1 dengan waktu *milling* 12 jam dan disinter pada temperatur 1100°C mempunyai densitas yang serupa, bahkan sedikit lebih tinggi dari densitas sampel A2 yang di-*milling* selama 4 jam dan disinter pada temperatur 1200°C . Densitas sampel B1 $4,17 \text{ gram/cm}^3$ sedangkan densitas sampel A2 $3,996 \text{ gram/cm}^3$. Artinya, dapat diperoleh nilai densitas yang serupa meskipun sampel disinter dengan nilai temperatur yang berbeda. Laju pemadatan juga akan lebih cepat jika ukuran partikelnya lebih kecil [3]. Dengan demikian, dikarenakan temperatur *sintering* yang lebih rendah dan laju *sintering* yang lebih cepat, sampel dengan ukuran partikel yang lebih kecil mempunyai efisiensi penggunaan energi yang lebih tinggi.

Pola difraksi sampel ditunjukkan pada **Gambar.1**. Garis merah merupakan pola difraksi hasil *Refinement*, sedangkan titik-titik hijau merupakan pola difraksi hasil eksperimen..Data pola difraksi yang dijadikan perbandingan diperoleh dari database ICSD (*Inorganic Crystal Structure Database*). File database $\text{BaFe}_{12}\text{O}_{19}$ dan Fe_2O_3 masing-masing menggunakan database ICSD 98-020-1654 [4] dan ICSD 98-002-2505 [5]. Pada proses Rietveld Refinement, diperoleh nilai χ^2 sebesar 1,223. Artinya, hasil penghalusan tersebut telah konvergen. $\text{BaFe}_{12}\text{O}_{19}$ hasil eksperimen mempunyai struktur heksagonal dengan nilai parameter kisi $a=5,88000 \text{ \AA}$,

$b=5,88000 \text{ \AA}$, dan $c=23,18200 \text{ \AA}$ sehingga volume unit selnya = $694,122604 \text{ \AA}^3$. Sampel $\text{BaFe}_{12}\text{O}_{19}$ yang dibuat pada penelitian ini ternyata tidak satu fasa, terdapat impuritas yang timbul dari proses *milling*, yaitu hematit (Fe_2O_3) yang muncul akibat serbuk $\text{BaFe}_{12}\text{O}_{19}$ teroksidasi dengan media air yang digunakan. Adanya Fasa hematit terlihat dari terdapatnya *peak-peak* pada pola difraksi yang bukan merupakan *peak* dari $\text{BaFe}_{12}\text{O}_{19}$.



Gambar 1. Pola difraksi sampel $\text{BaFe}_{12}\text{O}_{19}$

Setelah dimagnetisasi, nilai *magnetic flux density* sampel diukur dengan Gaussmeter, hasilnya ditampilkan pada tabel berikut.

Tabel 3. Hasil pengukuran kuat medan magnet sampel $\text{BaFe}_{12}\text{O}_{19}$

Kode Sampel	Waktu <i>milling</i> (Jam)	Temperatur <i>Sintering</i> (°C)	Magnetic Flux Density (Gauss)
A1	4	1100	365
B1	12	1100	410.3
A2	4	1200	338.3
B2	12	1200	363.3

Dari tabel 3 terlihat bahwa sampel dengan waktu *milling* 12 jam memiliki nilai *magnetic flux density* yang lebih rendah dari sampel dengan waktu *milling* 4 jam. Kemudian, sampel yang disinter pada temperatur 1200 °C memiliki nilai *magnetic flux density* yang lebih tinggi dari sampel yang disinter pada temperatur 1100 °C. Nilai *magnetic flux density* yang paling baik, yaitu 410,3 Gauss terdapat pada sampel yang di-*mill* selama 12 jam dan disinter pada temperatur 1100°C.

KESIMPULAN

Telah berhasil dibuat keramik magnet $\text{BaFe}_{12}\text{O}_{19}$ dengan variasi waktu *milling* dan temperatur *sintering*. Dengan waktu *milling* 4 jam dan temperatur *sintering* 1200°C, diperoleh nilai densitas yang paling tinggi, yaitu $4,495 \text{ gram/cm}^3$ dan nilai porositas yang paling rendah, yaitu 0,889 %. Sampel dengan ukuran partikel yang lebih kecil, kepadatan penuhnya (*Fully Densification*) dapat dicapai pada temperatur *sintering* yang lebih rendah. Laju pepadatan juga akan lebih cepat jika ukuran partikelnya lebih kecil. Nilai kuat medan magnet yang paling baik,

yaitu 410,3 Gauss terdapat pada sampel yang di-*mill* selama 12 jam dan disinter pada temperatur 1100°C. Kelemahan sampel BaFe₁₂O₁₉ yang dibuat pada penelitian ini adalah tidak satu fasa karena terdapat impuritas, yaitu hematit (Fe₂O₃) yang terbentuk melalui oksidasi serbuk BaFe₁₂O₁₉ saat proses *milling* dengan media air.

REFERENSI

- [1] R. C. Pullar, "Hexagonal ferrites: A review of the synthesis, properties and applications of hexaferrite ceramics," *Prog. Mater. Sci.*, vol. 57, no. 7, pp. 1191–1334, 2012.
- [2] R. Doni W, A. Manaf, and P. Sardjono, "Characteristics and magnetic properties of BAM from mechanical alloying," *Int. J. Basic Appl. Sci. IJBAS-IJENS*, vol. 13, no. 04, pp. 65–68, 2013.
- [3] M. Abdullah, *Pengantar Nanosains*. Bandung: Penerbit ITB, 2009.
- [4] X. Obradors, A. Collomb, M. Pernet, D. Samaras, and J. C. Joubert, "X-ray analysis of the structural and dynamic properties of BaFe₁₂O₁₉ hexagonal ferrite at room temperature," *J. Solid State Chem.*, vol. 56, no. 2, pp. 171–181, 1985.
- [5] R. P. . Ozerov, Y. T. . Struchkov, R. G. . Gerr, M. P. . Flugge, V. G. . Tsirel'son, and M. Y. Antipin, *Golden Book of Phase Transitions*, vol. 1. Wroclaw, 2002.