

Studi Pendahuluan Sintesis Nano-partikel Cobalt-ferit Hasil Ko-presipitasi

Rafika Rahmawati,* Suharyana, dan Budi Purnama

Jurusan Fisika, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam (FMIPA) Universitas Sebelas Maret,
Jl. Ir. Sutami 36A Kentingan, Surakarta 57126

Intisari

Studi pendahuluan sintesis nano partikel ferromagnetik cobalt ferrit dengan metode ko-presipitasi dilanjutkan dengan aniling telah dilakukan. Aniling dilakukan pada keadaan atmosfer. Hasil karakterisasi TG-DTA memperlihatkan bahwa proses pertumbuhan kristal berada pada temperatur lebih dari 500°C. Hasil analisis struktur kristal memperlihatkan sampel yang terbentuk adalah CoFe_2O_4 dengan puncak spektrum berada pada sudut $2\theta = 35,7^\circ$ bersesuaian dengan bidang indeks Miller (hkl) = 311 dengan ukuran butiran sekitar 28,5 nm. Akhirnya, hasil analisis vibrating sampel magnetometer menegaskan bahwa sampel cobalt-ferit memiliki medan coersif $H_C = 313$ Oe.

Abstract

Preliminary study on the synthesis of ferromagnetic cobalt ferrite nanoparticles by co-precipitation method followed by annealing process has been done. Annealing was performed at atmospheric condition. The TG-DTA characterization results showed that the crystal growth process occurred at above 500°C. The XRD spectra of the sample showed that the crystal structure of CoFe_2O_4 was confirmed with the main diffraction peak at $2\theta = 35.7^\circ$ corresponding to (hkl) indeks of 311. Finally, analysis of vibrating sample magnetometer indicated that cobalt ferrite sample had coercive field of $H_C = 313$ Oe.

KATA KUNCI: Cobalt Ferrite, co-precipitation, crystal, coersivity

I. PENDAHULUAN

Bahan magnetik merupakan kata kunci bagi beragam devais elektronika modern. Salah satu bahan magnet yang menjadi fokus perhatian para peneliti adalah cobalt ferit (CoFe_2O_4). Kestabilan kimia, kekuatan mekanik dan anisotropi magnetik yang tinggi adalah karakteristik unggul yang mampu membuka peluang beragam devais [1]. Aplikasi awal yang dapat ditemukan dari pemanfaatan bahan magnet ini hingga kini adalah medium perekaman seperti piringan hitam, tape recording, compact disc hingga piringan HDD Hard Disk [2]. Aplikasi di bidang medis pada saat ini adalah usaha penggunaan material magnet sebagai pembawa obat sehingga dapat secara efektif menjangkau target yang tidak dapat dijangkau oleh obat konvensional [3].

Beragam metode sintesis bahan magnetik berbasis oksida ini (cobalt ferit), antara lain metode kalsinasi [5], sonochemical atau secara kimia dengan menggunakan $\text{Fe}(\text{CO})_5$ [6], substitusi logam bahan magnet lain [7], dan yang terkini adalah metode *combustion*, baik *self combustion* [8] maupun *auto combustion* [9]. Selain itu ada metode yang populer dalam kurun waktu satu dekade terakhir ini yang dikenal metode pengendapan (*co-precipitation*) [10].

Prosedur pengendapan dalam sintesis cobalt ferit ini san-

gat menarik karena ukuran butiran dapat dikontrol melalui perubahan prosedur reaksi kimia secara sederhana. Sebagaimana telah diketahui bahwa karakteristik magnetik sangat dipengaruhi oleh ukuran butiran bahan magnet terlebih orde nanometer [11]. Sementara itu pada metode-metode lainnya ukuran butiran tidak dapat dikontrol dalam prosedur sintesisnya.

Adapun modifikasi dari metode inipun telah dilakukan antara lain dengan menganalisis pengaruh laju tetesan terhadap koersivitas [12], melakukan *reverse* ko-presipitasi (pembalikan larutan pengendap) [13] dan juga telah diamati pengaruh doping material lain pada metode ini [14].

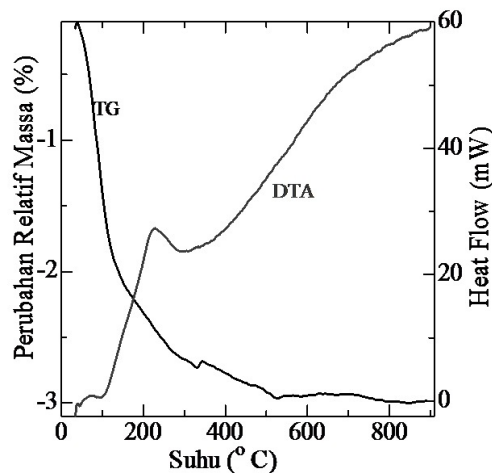
Namun daripada itu, perlu dilakukan studi pendahuluan sintesis menggunakan kobalt ferrit secara intensif dengan menggunakan laboratorium standar di Indonesia.

Dalam makalah ini, studi pendahuluan sintesis nanopartikel ferromagnetik cobalt ferit dengan metode pengendapan akan dilaporkan. Karakterisasi bahan hasil sintesis meliputi TG-DTA, XRD, dan VSM.

II. METODE PENELITIAN

$\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ sebanyak 0,002 mol dan $\text{Co}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 0,01 mol dilarutkan dalam 200 ml aquades selanjutnya disebut larutan logam magnet. Larutan precipitan menggunakan NaOH 4,8 M sebanyak 100 ml. Selanjutnya, larutan logam magnet diteteskan sedikit demi sedikit (dititrasi) ke dalam

*E-MAIL: rafikarahmawati@gmail.com



Gambar 1: Tipikal kurva TG-DTA sampel cobalt-ferit.

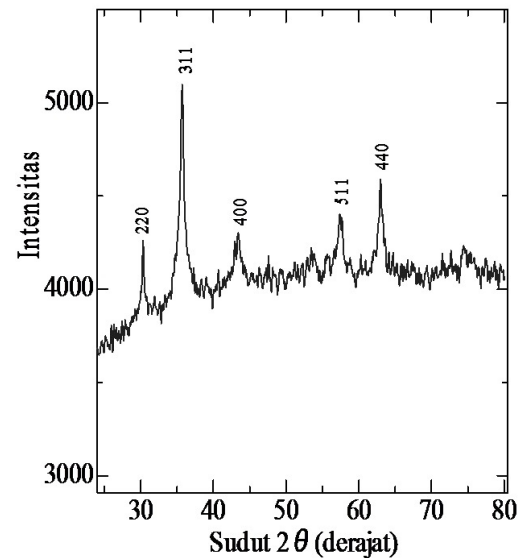
larutan NaOH. Selama proses berlangsung, larutan diaduk dengan magnetik stirer kecepatan putar 1500 rpm dan temperatur larutan dipertahankan sebesar 95°C. Setelah terbentuk precursor berwarna coklat gelap, sampel dicuci dengan menggunakan aquades dan acetone hingga benar-benar bersih. Selanjutnya sampel dikeringkan dalam tungku pemanas (oven) pada temperatur 100°C. Sampel yang telah kering digerus selama 2 jam untuk mendapatkan ukuran yang homogen. Selanjutnya sampel di-aniling pada temperatur 600°C dengan variasi waktu annealing yaitu 2 jam, 6 jam dan 11 jam.

Sampel yang telah terbentuk dianalisa dengan menggunakan TG-DTA, XRD dan VSM.

III. HASIL DAN PEMBAHASAN

Gambar 1 menunjukkan tipikal kurva TG-DTA sampel cobalt ferit hasil sintesis, kurva TG teramati secara jelas bahwa perubahan relatif massa selama proses pemanasan berkurang kurang lebih 3%. Penurunan masa relatif pertama terjadi pada rentang pemanasan dari temperatur ruang s.d. $T = 320^\circ\text{C}$ dengan penurunan masa relatif kurang lebih 2,7%. Penurunan ini dapat dikaitkan dengan sisa-sisa hidrokarbon pada proses sintesis. Penurunan masa relatif kedua terjadi pada rentang temperatur $T = 320\text{-}530^\circ\text{C}$. Masa relatif menurun sebesar 2,9% dari massa mula-mula. Jika dibandingkan dari fase penurunan massa sebelumnya, tahapan ini hanya memberikan kehilangan masa sebesar 0,2% (2,9-2,7). Hasil ini dapat diasosiasikan dengan proses dislokasi nanopartikel menuju konfigurasi stabil. Tahapan penurunan masa terakhir berlangsung pada temperatur $T = 530\text{-}900^\circ\text{C}$. Sampel dapat dinyatakan tidak mengalami kehilangan masa lagi. Durasi waktu pemanasan dapat diprediksi digunakan untuk penumbuhan kristal sampel cobalt-ferit.

Sedangkan dari karakterisasi DTA diperoleh kenyataan bahwa pada temperatur 230°C teramati puncak karakteristik yang bersesuaian dengan *heat flow* sebesar 27,3 mW. Di atas temperatur tersebut, kurva DTA meningkat secara drastik

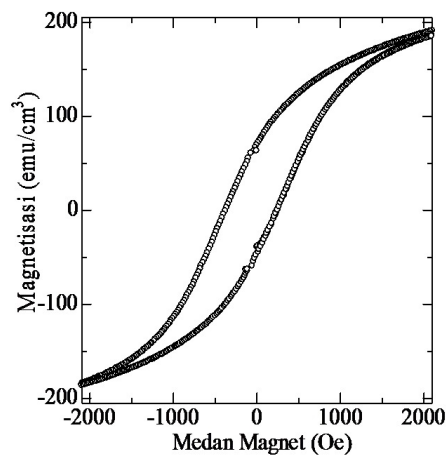
Gambar 2: Tipikal spektrum XRD cobalt-ferit (CoFe_2O_4) hasil aniling pada temperatur $T = 600^\circ\text{C}$ selama 2 jam.

dengan kenaikan temperatur. Hasil ini memberi informasi bahwa proses aniling guna penumbuhan struktur kristal nano partikel cobalt-ferit harus dilakukan di atas temperatur 500°C.

Gambar 2 menunjukkan spektrogram x-ray diffraction (XRD) sampel serbuk nano partikel cobalt-ferit hasil aniling precursor pada temperatur 600°C selama 2 jam pada keadaan atmosfer. Hasil XRD menunjukkan kesesuaian dengan data referensi ICDD nomor 221086 yang menegaskan bahwa sampel yang terbentuk adalah CoFe_2O_4 . Puncak spektrum XRD terjadi pada sudut $2\theta = 35,73^\circ$. Dari gambar dapat diketahui pula bahwa pengotor dari unsur atau oksida lainnya tidak hadir selama proses aniling. Hal ini juga menandakan bahwa proses sintesis berlangsung tanpa memberikan sisa hidrokarbon yang seringkali hadir sebagai pengotor.

Perhitungan diameter butiran kristalit berdasar rumus Scherer pada puncak maksimum memberikan nilai seorde dengan hasil yang telah dipublikasikan Maaz [3] sebelumnya sebesar 28,5 nm.

Kurva histeresis nano partikel cobalt-ferit ditunjukkan pada Gambar 3. Sapuan medan eksternal dari -2000 Oe sampai dengan +2000 Oe cukup membuat sampel termagnetisasi secara lengkap yang terungkap dari kurva histeresis yang terbentuk dengan magnetisasi jenuh $M_S = 185 \text{ emu/cc}$. Tahapan magnetisasi melalui domain wall nuklasi dilanjutkan dengan perambatan domain disinyalir terjadi selama proses magnetisasi. Berdasarkan satu siklus histeresis tersebut diperoleh bahwa medan koersif sebesar $H_C = 313 \text{ Oe}$ digunakan untuk mengkompensasi atau meniadakan magnetisasi sisa/remanen $M_r = 58,4 \text{ emu/cc}$.



Gambar 3: Kurva histeresis nanopartikel cobalt-ferit.

IV. SIMPULAN

Studi pendahuluan sintesis dan karakterisasi nano partikel ferromagnetik cobalt ferrit dengan metode ko-presipitasi telah dilakukan. Proses aniling dilakukan pada keadaan atmosfer. Karakterisasi fisis meliputi TG-DTA, XRD dan VSM. Hasil karakterisasi TG-DTA memperlihatkan bahwa proses pertumbuhan kristal berada pada temperatur lebih dari 500°C. Hasil analisis struktur kristal memperlihatkan sampel yang terbentuk adalah CoFe_2O_4 dengan puncak spektrum berada pada sudut $2\theta = 35,7^\circ$ bersesuaian dengan bidang indeks Miller (hkl) = 311 dengan ukuran butiran sekitar 28,5 nm. Akhirnya, hasil analisis vibrating sampel magnetometer menegaskan bahwa sampel cobalt-ferit memiliki medan coersif $H_C = 313$ Oe.

-
- [1] K.O. Zhang, *et al.*, Journal of Applied Physics, **111**(3), 07B525 (2012).
- [2] J.Z. Msomi, *et al.*, Journal of Magnetism and Magnetic Materials, **373**, 68-73 (2015).
- [3] K.S. Maaz, *et al.*, Journal of Magnetism and Magnetic Materials, **321**, 1838-1842 (2009).
- [4] P. Sardjono, *dkk.*, Aplikasi Magnet Permanen di Indonesia: Data Pasar dan Pengembangan Material Magnet, Seminar Nasional Ilmu Pengetahuan Teknik, 28-29 Nov 2012.
- [5] H. Hasan, *et al.*, Iranian Journal of Material Science and Engineering, **2**(2), 9-15 (2005).
- [6] M. Sivakumar. *et al.*, Journal of Magnetism and Magnetic Materials, **268**, 95-104 (2004).
- [7] A. Singh, *et al.*, Journal of Ceramic Processing Research, **11**(2), 241-249 (2010).
- [8] C.E. Doroftei, *et al.*, Journal of Optoelectronics And Advanced Materials, **8**(3), 1023-1027 (2012).
- [9] H. Luo, *et al.*, Journal of Magnetism and Magnetic Materials, **324**, 2602-2608 (2012).
- [10] K.S. Maaz, *et al.*, Journal of Physica B, **404**, 3947-3951 (2009).
- [11] M. Pauzan Muh, *et al.*, Pengaruh Ukuran Butir dan Struktur Kristal terhadap Sifat Kemagnetan pada Nanopartikel Magnetit (Fe_3O_4), Prosiding Pertemuan Ilmiah XXVII HFI Jateng & DIY, Solo, 23 Maret 2013 (ISSN: 0853-0823).
- [12] M.Y. Cedeo, *et al.*, Journal of Applied Physics, **103**, 07E512 (2008).
- [13] N. Mahmed, *et al.*, Journal of Magnetism and Magnetic Materials, **353**, 17 (2014).
- [14] T. Shanmugavel, *et al.*, Journal of Applied Physics, **1591**, 496-498 (2014).