

# Penerapan Metode Sol-Gel dengan Variasi Temperatur dan Waktu Kalsinasi pada Sintesis Barium M-Heksaferit ( $\text{BaFe}_{12}\text{O}_{19}$ )

Idon Joni dan Darminto\*  
Jurusan Fisika, FMIPA-Institut Teknologi Sepuluh Nopember  
Kampus ITS Sukolilo Surabaya 60111

## Intisari

Pada penelitian ini telah dilakukan sintesis Barium M-Heksaferit ( $\text{BaFe}_{12}\text{O}_{19}$ ) dengan metode sol-gel. Prekursor yang dihasilkan dari proses sol-gel telah dikalsinasi pada temperatur 600-1000°C dalam waktu 3, 4, dan 5 jam. Identifikasi fasa dengan menggunakan XRD dan software Rietica menghasilkan fraksi fasa  $\text{BaFe}_{12}\text{O}_{19}$  tertinggi sebesar 64,9%. Sampel serbuk yang dihasilkan mempunyai nilai magnetisasi saturasi 15,97 emu/gr, medan koersivitas 0,35 tesla dan magnetisasi remanensi 9,46 emu/gr berdasarkan hasil pengukuran dengan VSM.

## ABSTRACT

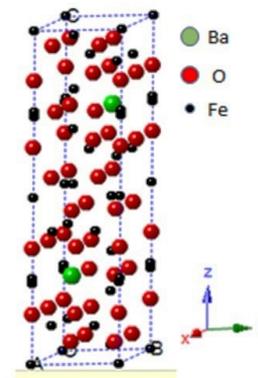
Synthesis of Barium M-Heksaferit ( $\text{BaFe}_{12}\text{O}_{19}$ ) was conducted by sol-gel method. The precursors resulted from the sol-gel process was calcinated at 600-1000°C for 3, 4, dan 5 hours. Phase purity examination using XRD dan Rietica software has given result  $\text{BaFe}_{12}\text{O}_{19}$  content of 64.9%. The prepared powders have the saturated magnetisation of 15.97 emu/gr, coercivity of 0.35 tesla and remanent magnetisation of 9.46 emu/gr according to measurement using VSM.

KATA KUNCI: Barium M-Heksaferit ( $\text{BaFe}_{12}\text{O}_{19}$ ), sol gel, kalsinasi.

## I. PENDAHULUAN

Oksida ferit heksagonal atau lebih dikenal dengan sebutan heksaferit adalah salah satu material ferimagnetik yang menarik. Material ini banyak dimanfaatkan secara komersial dan hingga kini masih diteliti untuk mengembangkannya baik dari segi fabrikasinya maupun penggunaannya [1]. Barium-heksagonal-ferit ( $\text{BaFe}_{12}\text{O}_{19}$ ), merupakan magnet permanen dengan magnetisasi saturasi dan medan koersivitas yang tinggi (*hard magnetic*), temperatur Curie dan anisotropi magnetik yang juga tinggi, serta kestabilan kimia yang baik dan tidak mudah korosi [2].

Unit sel kristal  $\text{BaFe}_{12}\text{O}_{19}$  dapat dibagi dalam dua blok yaitu S dan R. Blok S merupakan *cubic closed packing* dua lapisan oksigen yang membentuk struktur spinel dan blok R merupakan *hexagonal closed packing* dari tiga lapisan oksigen [3]. Setiap bagian S terdiri dari dua lapisan yang mengandung empat buah ion oksigen, dan paralel dengan bidang dasar heksagonal dengan tiga kation di antara setiap lapisan. Bagian R terdiri atas tiga lapis ion oksigen, yang pada lapis tengah satu ion oksigen diganti dengan ion Ba. Dalam satu unit sel setiap bagian S mempunyai rumus kimia  $\text{Fe}_6\text{O}_8$  dan setiap bagian R mempunyai rumus kimia  $\text{BaFe}_6\text{O}_{11}$ , seperti tersaji dalam

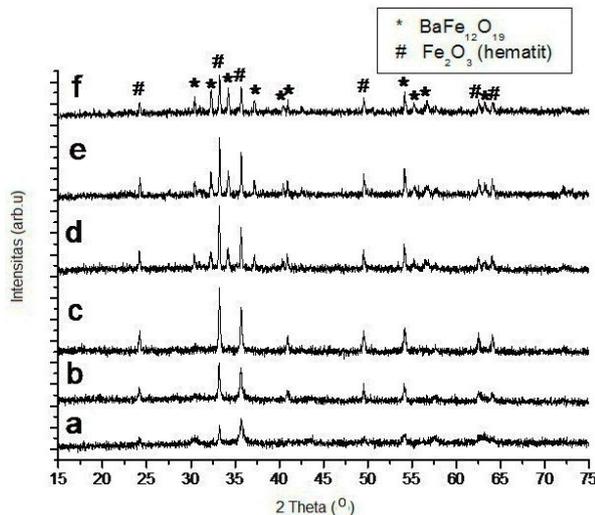


Gambar 1: Struktur kristal Barium M-Heksaferit  $\text{BaFe}_{12}\text{O}_{19}$  [3].

Gambar 1. Rumus kimia total adalah  $\text{BaFe}_{12}\text{O}_{19}$  [4].

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan sebelumnya [5], ion yang bersifat magnet dalam Barium M-Heksaferit hanyalah ion  $\text{Fe}^{3+}$ , sedangkan  $\text{Ba}^{2+}$  dan  $\text{O}^{2-}$  mempunyai ukuran yang hampir sama, bersifat non magnetik, dan menempati *close-packed*. Ion  $\text{Fe}^{3+}$  merupakan ion magnetik dengan moment magnetik  $5\mu_B$  dan terletak pada tiga posisi yang berbeda dalam struktur kristal Barium M-Heksaferit. Kontribusi momen magnetik setiap posisi dalam satu molekul Barium M-Heksaferit  $1\uparrow$  trigonal bypyramidal,  $7\uparrow 2\downarrow$  octahedral,

\*E-MAIL: darminto@physics.its.ac.id



Gambar 2: Pola difraksi sampel Barium M-Heksaferrit hasil kalsinasi pada (a) 600, (b) 700, (c) 800, (d) 900, (e) 1000, dan (f) 1100°C.

dan 2<sub>↓</sub> tetragonal sehingga momen magnet total dalam Barium M-Heksaferrit adalah 4<sub>↓</sub> (20 $\mu_b$ ) atau 8<sub>↑</sub> (40 $\mu_b$ ) per unit sel kristal.

Metoda keramik konvensional untuk sintesis BaFe<sub>12</sub>O<sub>19</sub> adalah reaksi padatan antara BaCO<sub>3</sub> dan Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> pada temperatur kalsinasi yang tinggi (1200°C). Sampel hasil sintesis metoda ini umumnya mempunyai kekurangan seperti ukuran butir kurang homogen dan dengan fasa takmurnian yang tinggi [5], selain memerlukan energi besar untuk pemanasannya. Berdasarkan alasan tersebut, dalam eksperimen ini dilakukan sintesis BaFe<sub>12</sub>O<sub>19</sub> dengan metode sol-gel, yang secara lengkap akan dilaporkan beserta hasil karakterisasi struktur dan sifat kemagnetannya. Hal lain yang membedakan penelitian ini dengan kegiatan sintesis BaFe<sub>12</sub>O<sub>19</sub> yang standar adalah digunakannya bahan dasar Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> dari pasir besi.

## II. METODE PENELITIAN

Pasir besi diekstrak dan diproses secara kopresipitasi untuk menghasilkan Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>.H<sub>2</sub>O sebagai bahan dasar dalam sintesis BaFe<sub>12</sub>O<sub>19</sub>. Selanjutnya, Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>.H<sub>2</sub>O dilarutkan dalam HNO<sub>3</sub> 14,7 M dan diaduk selama 45 menit pada temperatur ±70°C sehingga diperoleh larutan ferit nitrat yang berwarna merah bening (larutan 1). Pada waktu yang sama serbuk BaCO<sub>3</sub> dilarutkan dalam HNO<sub>3</sub> 8 M ditambah H<sub>2</sub>O dan diaduk selama 90 menit pada temperatur ±70°C, sehingga diperoleh larutan barium nitrat yang berwarna bening (larutan 2). Larutan 1 dan larutan 2 dicampur kemudian diaduk selama 60 menit pada temperatur ±80°C dan ditambahkan asam asetat lalu diaduk selama 30 menit pada temperatur 80°C. Setelah ditambahkan etilen-glikol dan diaduk selama 30 menit pada temperatur 80°C diperoleh sol Ba-Fe. Pengeringan sol ini pada temperatur ±100°C selama 7 hari menghasilkan gel. Gel lalu dihaluskan dengan mortar dan diberi perlakuan panas

TABEL I: Komposisi fasa relatif hasil penghalusan (refinement) ri-  
etveld dengan menggunakan Rietica pada sampel serbuk Barium M-  
Heksaferrit. Angka dalam kurung menunjukkan ralat.

Temperatur kalsinasi (3 jam)	Parameter Kecocokan (GoF)	Komposisi Fasa Relatif (%)			
		BaFe <sub>12</sub> O <sub>19</sub>	$\alpha$ -Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	$\gamma$ -Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	BaFe <sub>2</sub> O <sub>4</sub>
600°C	0,28	-	95,5(4,7)	3,5(0,2)	1,1(0,02)
700°C	0,52	25,3(2,4)	74,7(3,9)	-	-
800°C	0,71	26,8(3,6)	73,2(3,4)	-	-
900°C	0,28	64,9(2,7)	35,0(0,8)	-	-
1000°C	0,46	53,3(3,2)	46,5(0,1)	-	-
1100°C	0,77	54,9(4,2)	45,0(2,9)	-	-

TABEL II: Komposisi fasa relatif hasil penghalusan (refinement) ri-  
etveld dengan Menggunakan Rietica pada sampel serbuk Barium M-  
Heksaferrit pada temperatur 900°C dengan penahanan 3, 4, dan 5 jam.

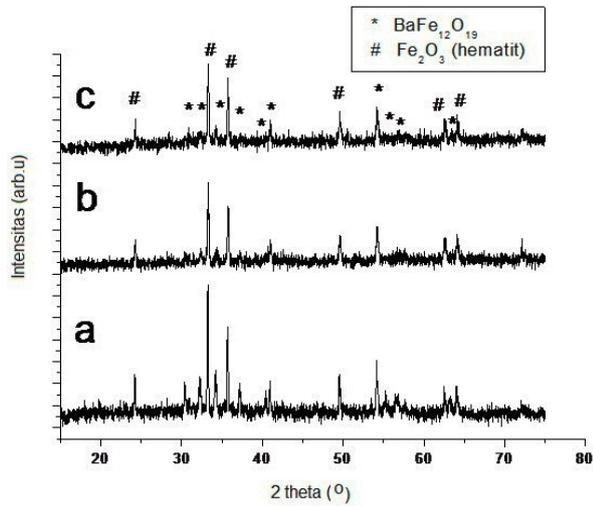
Temperatur kalsinasi	Parameter Kecocokan (GoF)	Komposisi Fasa Relatif (%)	
		BaFe <sub>12</sub> O <sub>19</sub>	$\alpha$ -Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>
900°C 3 jam	0,28	64,9(2,7)	35,0(0,8)
900°C 4 jam	0,21	58,9(4,8)	41,1(2,2)
900°C 5 jam	0,25	59,9(3,8)	40,1(3,7)

dengan variasi waktu kalsinasi 3,4, dan 5 jam pada temperatur yang juga bervariasi pada 600-1100°C untuk mendapatkan kristal BaFe<sub>12</sub>O<sub>19</sub>, yang kemudian dikarakterisasi dengan XRD dan vibrating sample magnetometer (VSM).

## III. HASIL DAN DISKUSI

Analisis pembentukan fasa BaFe<sub>12</sub>O<sub>19</sub> dilakukan dengan menggunakan XRD pada jangkauan sudut difraksi antara 15-75° yang bertujuan untuk mengidentifikasi fasa-fasa yang terbentuk pada sampel. Gambar 2 menunjukkan pola difraksi sampel serbuk hasil pemanasan pada temperatur 600-1100°C selama 3 jam. Pada temperatur kalsinasi 600°C sudah teridentifikasi adanya tiga fasa yaitu BaFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub>,  $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> dan  $\gamma$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, sedangkan pada temperatur 700°C dan 800°C sudah mulai terjadi tranformasi fasa dengan sudah mulai teramati BaFe<sub>12</sub>O<sub>19</sub> meskipun tidak dominan, atau masih lebih dominan fasa pengotor, seperti  $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (hematit). Perlakuan panas pada temperatur 900, 1000, dan 1100°C menghasilkan fasa BaFe<sub>12</sub>O<sub>19</sub> dengan kemurnian yang mencapai 64,9% dan fasa sekunder hematit, seperti ditunjukkan pada Tabel I. Sementara itu dalam Gambar 3 disajikan spektra XRD untuk sampel yang dipanaskan pada temperatur 900°C selama 3, 4 dan 5 jam. Tampak dalam gambar adanya puncak struktur BaFe<sub>12</sub>O selain fasa hematit (Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>), dengan komposisi masing-masing seperti diberikan dalam Tabel II.

Kalsinasi digunakan untuk memberikan kesempatan kation-kation penyusun fasa saling berikatan satu sama lain membentuk kristal. Temperatur dan waktu kalsinasi merupakan faktor kunci dalam formasi fasa Barium M-Heksaferrit. Faktanya, temperatur kalsinasi yang memberikan fraksi fasa BaFe<sub>12</sub>O<sub>19</sub> tertinggi adalah 900°C untuk pemanasan selama 3 jam. Hal ini didukung oleh hasil pengukuran termal



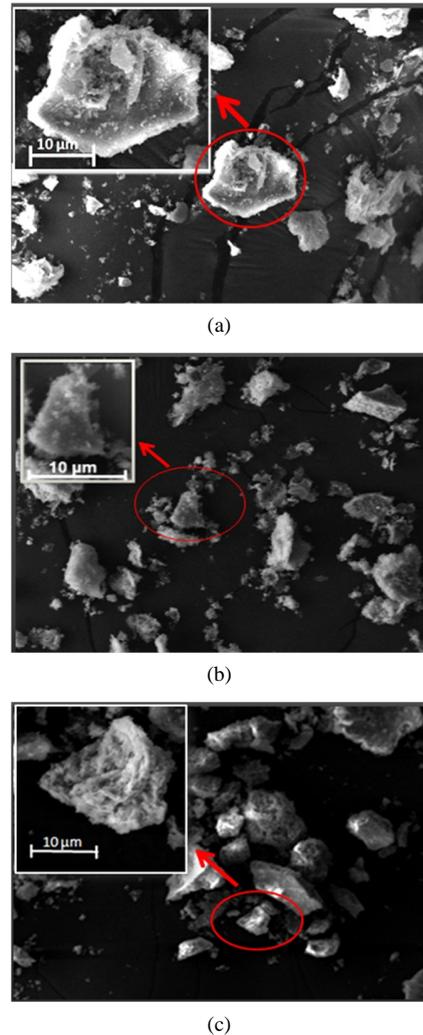
Gambar 3: Pola difraksi sampel Barium M-Heksaferit pada temperatur 900°C selama: (a) 3 jam, (b) 4 jam, dan (c) 5 jam.

TABEL III: Nilai medan koersivitas ( $H_c$ ) dan Magnetisasi remanensi ( $M_r$ ) BaM dengan variasi waktu penahan 3 jam, 4 jam, dan 5 jam pada temperatur 900°C.

Waktu Penahanan	Koersivitas $H_c$ (T)	Magnetisasi Remanensi $M_r$ (emu/gr)	Magnetisasi Saturasi $M_s$ (emu/gr)
3 jam	0,35	9,46	15,97
4 jam	0,35	5,84	10,04
5 jam	0,36	5,73	9,99

dengan DTA/TG seperti dalam penelitian sebelumnya [6], bahwa ada puncak dalam kurva DTA pada temperatur yang bersangkutan, yang menandakan terjadinya transformasi fasa. Bertitik tolak dari temperatur yang memberikan fraksi fasa tertinggi ini, pemanasan pada temperatur yang sama dilakukan dalam waktu yang lebih lama (4 dan 5 jam). Ternyata, pada pemanasan yang lebih lama justru menurunkan fraksi fasa  $BaFe_{12}O_{19}$  (Tabel II). Terjadinya dekomposisi fasa  $BaFe_{12}O_{19}$  menjadi fasa hematit menunjukkan adanya mekanisme kompetitif dari formasi fasa, dan dalam rentang temperatur ini terlihat fasa hematit cenderung memiliki laju yang lebih tinggi untuk pemanasan yang lebih lama dari 3 jam. Dari identifikasi kandungan fasa di atas diperoleh fraksi fasa  $BaFe_{12}O_{19}$  yang relatif tinggi sebesar 64,9% pada temperatur 900°C dengan penahanan 3 jam, khususnya dibandingkan hasil penelitian lain dengan bahan dasar yang sama tetapi dengan metoda kopresipitasi, yang memperoleh 60% [6]. Di pihak lain, pemanasan selama 4 dan 5 jam menghasilkan fraksi fasa yang hampir sama.

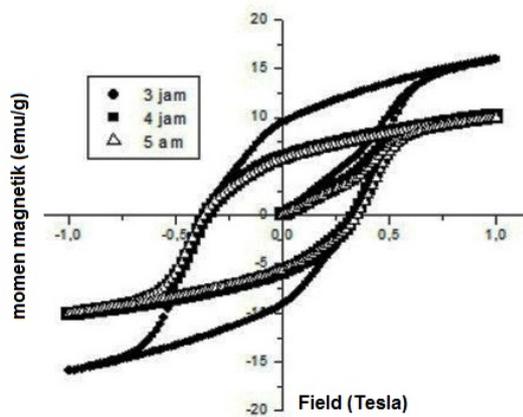
Identifikasi untuk menentukan ukuran serbuk dan morfologi Barium M-Heksaferit dilakukan dengan menggunakan SEM-EDX dan hasilnya diberikan pada Gambar 4. Tampak dalam gambar bahwa kristal  $BaFe_{12}O_{19}$  menunjukkan bentuknya yang tidak beraturan dan strukur yang cukup sulit untuk menentukan ukuran dan bentuk yang tepat dari partikel. Butiran partikel cenderung berpori, yang dapat terjadi karena penggunaan asam asetat sebagai katalis, dan menghasilkan



Gambar 4: Hasil SEM sampel Barium M-Heksaferit pada pemanasan 900°C selama: (a) 3 jam, (b) 4 jam, dan (c) 5 jam.

gas CO maupun  $CO_2$ , ketika dipanaskan sehingga meninggalkan kekosongan (dan pori) di lokasi gas - gas tersebut terperangkap. Terkait dengan ukuran serbuk terlihat (dalam inset masing-masing gambar, diambil butiran terbesar) ukuran serbuk  $\pm 25 \mu m$  untuk pemanasan selama 3 jam, dan menurun dengan pemanasan yang lebih lama  $\pm 9 \mu m$  (pemasana selama 4 jam), dan  $\pm 20 \mu m$  (5 jam). Penurunan ukuran serbuk tersebut seiring dengan penurunan fraksi fasa  $BiFe_{12}O_{16}$  dalam Tabel II, yang memperkuat terjadinya dekomposisi fasa. Sedemikian jauh dari foto SEM dalam Gambar 4, masih cukup sulit mengamati morfologi butiran partikel, karena tampak butiran masih "belum bersih".

Sifat kemagnetan sampel diperoleh dari pengukuran menggunakan VSM yang bertujuan untuk mengetahui kurva histerisis guna memperkirakan besaran kemagnetan, seperti magnetisasi saturasi ( $M_s$ ), magnetisasi remanen ( $M_r$ ), dan koersivitas ( $H_c$ ). Gambar 5 menunjukkan kurva histerisis magnetik dari ketiga sampel yang bersesuaian dengan Tabel II, dan besaran magnetik yang dihasilkan dirinci dalam Tabel III. Terli-



Gambar 5: Kurva Histerisis sampel Barium M-Heksaferit hasil kalsinasi pada temperatur 900°C selama 3, 4 dan 5 jam.

hat dalam Tabel III bahwa besaran kemagnetan (terutama  $M_r$

dan  $M_s$ ) dengan nilai terbesar dicapai oleh sampel hasil pemanasan selama 3 jam yang memiliki fraksi fasa  $BaFe_{12}O_{19}$  tertinggi. Di pihak lain, dengan fraksi fasa yang hampir sama, sampel dengan pemanasan selama 4 dan 5 jam memberikan nilai besaran magnetik yang hampir sama. Hal ini menunjukkan bahwa kontribusi sifat magnet yang dominan berasal dari fasa  $BaFe_{12}O_{19}$ , sementara fasa hematit berperan sangat lemah dalam kemagnetan seperti telah banyak diketahui.

#### IV. SIMPULAN

Metode sol gel telah mampu menghasilkan serbuk Barium M-Heksaferit dengan kemurnian yang dapat dibandingkan dengan metode kopresipitasi. Dalam rentang eksperimen ini, fraksi fasa  $BaFe_{12}O_{19}$  tertinggi dicapai oleh sampel yang mengalami kalsinasi pada temperatur 900°C selama 3 jam, dengan fasa impuritas  $Fe_2O_3$ . Sifat magnetik dari sampel bergantung pada nilai kandungan fasa  $BaFe_{12}O_{19}$ .

- [1] M.C. Dimri, *et al.*, *Ceramics International* **30**, 1623-1626 (2004).  
 [2] A. Mali, and A. Ataie, *J. Alloys and Compounds*, **399**, 245-250 (2005).  
 [3] G. Albanese, *J. de Physique*, **38**, C1-85 (1977).  
 [4] I. Novrita, dan Dedi, *Pembuatan Barium Heksaferit Anisotropi*, *Indonesian Journal of material of science*, (2003).

- [5] Mozaffari, *et al.*, *J. Magnetism and Magnetic Materials*, **321**, 1285-1289 (2009).  
 [6] N. Afidah, *Karakterisasi sifat magnetik dan serapan gelombang mikro barium M-Heksaferit  $BaFe_{12}O_{19}$* , Tesis Program S2, Jurusan Fisika, FMIPA ITS, 2011.