

PEMBUATAN BAHAN MAGNETIK BARIUM HEKSAFERIT (BaFe₁₂O₁₉)

(SYNTHESIS OF MAGNETIC BARIUM HEXAFERRITE MATERIAL (BaFe₁₂O₁₉))

Safei Purnama, Patricius Purwanto, dan Wisnu Adi Ari

Pusat Teknologi Bahan Industri Nuklir, Badan Tenaga Nuklir Nasional
Kawasan Puspittek, Serpong, Tangerang Selatan

E-mail : purnama@batan.go.id

Received : 8 April 2015; revised : 17 April 2015; accepted : 24 April 2015

ABSTRAK

Pembuatan bahan magnetik barium heksaferit (BaFe₁₂O₁₉) telah dilakukan. Bahan magnet ini disintesis dengan menggunakan metode kopresipitasi. Sampel hasil sintesis dikarakterisasi dengan: (i) difraksi sinar-X untuk mengetahui fasa yang terbentuk, (ii) *Scanning Electron Microscope (SEM)* untuk mengetahui struktur mikro, (iii) *Vibrating Sample Magnetometers (VSM)* untuk menentukan sifat magnet bahan, dan *LCR-meter* untuk mengetahui sifat listrik bahan. Sifat listrik bahan dikarakterisasi dengan memvariasikan suhu dan frekuensi. Hasil pengukuran sifat listrik menunjukkan bahwa barium heksaferit mempunyai resistivitas tinggi pada suhu ruang dan menunjukkan penurunan resistivitas ketika suhu dinaikan, menyerupai sifat logam, hingga di atas 400°C untuk daerah frekuensi 10⁻¹ Hz sampai dengan 10³ Hz. Konduktivitas listrik bahan meningkat pada suhu di atas 500 °C, dimana konduktivitas naik dari 10⁻⁶ S/cm hingga sekitar 10⁻⁴ S/cm untuk daerah frekuensi 10⁻¹ Hz sampai dengan 10⁵ Hz, sedangkan impedansi bahan turun sejalan dengan bertambahnya suhu, menyerupai resistivitas pada daerah frekuensi 10⁻¹ Hz sampai dengan 10³ Hz. Barium heksaferit mempunyai resistivitas rendah dan konduktivitas tinggi pada suhu di atas 500 °C, sehingga untuk aplikasi yang berhubungan dengan sifat listrik, bahan ini baik jika digunakan pada suhu di atas 500 °C.

Kata kunci : Metode kimia basah, Barium ferit, Resistivitas, Konduktivitas, Impedansi

ABSTRACT

Preparation of barium hexaferrite (BaFe₁₂O₁₉) has been done. This magnetic material was synthesized by using coprecipitation method. Synthesized samples were characterized by: (i) X-ray diffraction to determine the phases formed, (ii) Scanning Electron Microscope (SEM) to determine the microstructure, (iii) Vibrating Sample Magnetometers (VSM) to determine the magnetic properties of the materials, and LCR to find out the electrical properties of materials. Electrical properties of materials were studied by LCR-meter under varying the temperature and frequency. The measurement results show that the electrical properties of barium hexaferrite have a high resistivity at the room temperature subsequently drop as the increasing of temperature, such the metal like properties, up to above 400 °C for the 10⁻¹ Hz to 10³ Hz frequency region. The electrical conductivity of materials increases at temperatures above 500 °C, where the conductivity increased from 10⁻⁶ S/cm to about 10⁻⁴ S/cm for the 10⁻¹ Hz to 10⁵ Hz frequency region. While the impedance of the material decreased as the increasing of temperature resistivity-like on the 10⁻¹ Hz to 10³ Hz frequency region. Barium hexaferrite has low resistivity and high conductivity at temperatures above 500 °C, so for applications which related to electrical properties, these materials are best when used at temperatures above 500 °C.

Keywords : Wet chemical methods, Barium ferrite, Resistivity, Conductivity, Impedance.

PENDAHULUAN

Selama bertahun-tahun bahan magnet barium heksaferit (BaFe₁₂O₁₉) menarik perhatian dan tidak dapat digantikan oleh bahan magnet lain karena bahan tersebut relatif murah, stabil dan memiliki berbagai aplikasi teknologi. Pemanfaatan bahan magnetik barium heksaferit diantaranya untuk inti transformator, magnet permanen, sirkuit frekuensi tinggi dan media penyimpanan data. Pada penelitian terdahulu oleh Bhavikati *et al.* (2010) dan Sukanta *et al.* (2014),

bahan ini memiliki resistivitas dan permitivitas tinggi pada frekuensi tinggi, aplikasi bahan ini juga ditemukan pada perangkat *microwave*.

Barium heksaferit, yang terkenal dengan sebutan ferri-magnetik, memiliki sifat kimia stabil, anti-korosif dan memiliki anisotropi tinggi. Oleh karena itu, bahan ini banyak digunakan dalam perangkat magnetik untuk menyimpan energi dalam medan magnet statik. Sifat fisik barium heksaferit dipengaruhi oleh proses pembuatan (Chauhan 2010; Meng *et al.* 2014; Kolev *et al.* 2011), komposisi kimia, suhu dan periode sintering, jenis dan jumlah substitusi (Costa *et al.* 2010; Jeevan *et al.* 2010; Zhang *et al.* 2013). Ferit masuk dalam kelompok bahan keramik yang memiliki sifat-sifat elektromagnetik yang bermanfaat untuk aplikasi komersial. Sifat-sifat elektromagnetik ferit dipengaruhi oleh parameter-parameter operasi, seperti suhu, tekanan, kuat medan, frekuensi dan waktu (Mohsen 2010). Barium heksaferit memiliki resistivitas tinggi, *dielectric losses* rendah dan stabil terhadap suhu hingga di atas suhu *Curie* (Kanagesan *et al.* 2014; Srinivas *et al.* 2013).

Masalah yang akan diselesaikan dalam penelitian ini adalah bagaimana pengaruh parameter-parameter suhu, kuat medan magnet terpasang dan frekuensi terhadap sifat listrik dan magnet barium heksaferit. Tujuan penelitian sekarang adalah melakukan karakterisasi sifat listrik dan magnet barium heksaferit, meliputi karakteristik loop histerisis, resistivitas, konduktivitas dan impedansi pada variasi suhu dan frekuensi. Bahan ini akan dikembangkan untuk digunakan sebagai peredam gelombang elektromagnetik atau absorber.

BAHAN DAN METODE

Bahan

Bahan yang digunakan adalah $\text{Ba}(\text{NO}_3)_2$ (barium nitrat), $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$ (feri nitrat), NaOH (natrium hidroksida), Na_2CO_3 (natrium karbonat), serbuk prekursor dan akuades.

Alat yang digunakan adalah *Scanning Electron Microscope (SEM)*, *Vibrating Sample Magnetometer (VSM)* dan *LCR-meter*.

Metode

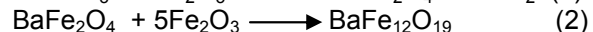
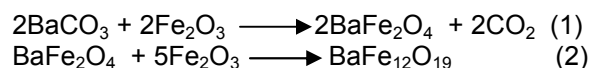
Proses pembentukan prekursor diawali dengan mencampurkan bahan-bahan baku $\text{Ba}(\text{NO}_3)_2$ dan $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$ dengan perbandingan komposisi $\text{Fe}^{3+} : \text{Ba}^{2+} = 8,9 : 1,1$ dengan metoda kopresipitasi. Proporsi barium (Ba) sengaja agak dlebihkan, karena faktor kelarutan ion Ba^{+2} di

dalam senyawa rendah, sedangkan yang berfungsi sebagai larutan basa adalah berasal dari larutan natrium hidroksida (NaOH) atau natrium karbonat (Na_2CO_3) dan akuades. Prekursor yang diperoleh pada tahap ini kemudian dikeringkan di dalam *oven* pada sekitar $100\text{ }^\circ\text{C}$ selama 1 jam. Serbuk prekursor yang terbentuk kemudian dikompaksi menggunakan alat kompaksi satu arah (*single action*). Serbuk hasil kompaksi ini kemudian diberi perlakuan panas agar terjadi reaksi padatan pembentukan fasa barium heksaferit. Suhu reaksi pembentukan fasa tersebut divariasikan, yakni $800\text{ }^\circ\text{C}$, $900\text{ }^\circ\text{C}$, dan $1000\text{ }^\circ\text{C}$. Sistem fasa bahan barium ferit yang terbentuk kemudian diidentifikasi dengan teknik difraksi sinar-X, morfologi partikel ditentukan menggunakan *Scanning Electron Microscope (SEM)* dan sifat magnet bahan diukur menggunakan *Vibrating Sample Magnetometer (VSM)*. Untuk mengetahui perubahan sifat listrik barium heksaferit terhadap perubahan suhu dan frekuensi, maka dilakukan pengukuran dengan *LCR-meter*.

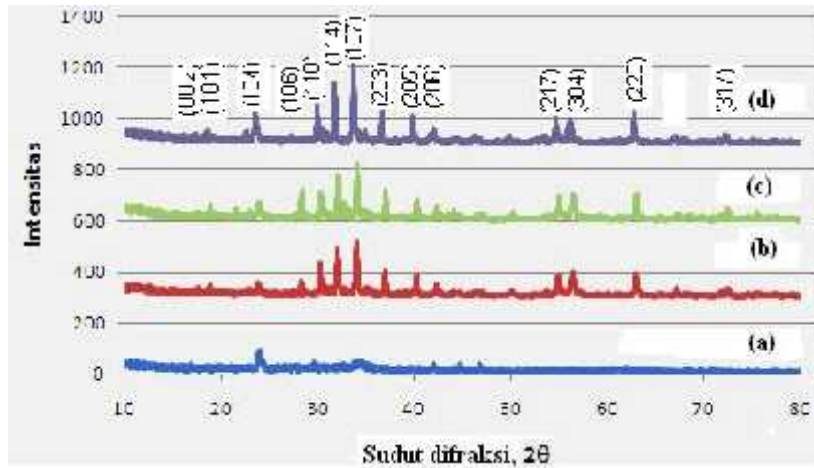
HASIL DAN PEMBAHASAN

Data hasil karakterisasi dengan menggunakan difraktometer sinar-X ditunjukkan pada Gambar 1. Gambar tersebut terdiri dari pola difraksi barium heksaferit sebelum dipanaskan (a) dan setelah dipanaskan pada $800\text{ }^\circ\text{C}$ (b), $900\text{ }^\circ\text{C}$ (c), dan $1000\text{ }^\circ\text{C}$ (d). Gambar 1(a) belum menampilkan pola difraksi dari $\text{BaFe}_{12}\text{O}_{19}$, melainkan fase BaFe_2O_4 . Jadi, fase $\text{BaFe}_{12}\text{O}_{19}$ terbentuk melalui reaksi oksidasi BaFe_2O_4 . Barium heksaferit baru terbentuk setelah prekursor dipanaskan pada suhu $800\text{ }^\circ\text{C}$, $900\text{ }^\circ\text{C}$ dan $1000\text{ }^\circ\text{C}$. Persentase fase $\text{BaFe}_{12}\text{O}_{19}$ makin banyak terbentuk setelah bahan dipanaskan pada $1000\text{ }^\circ\text{C}$.

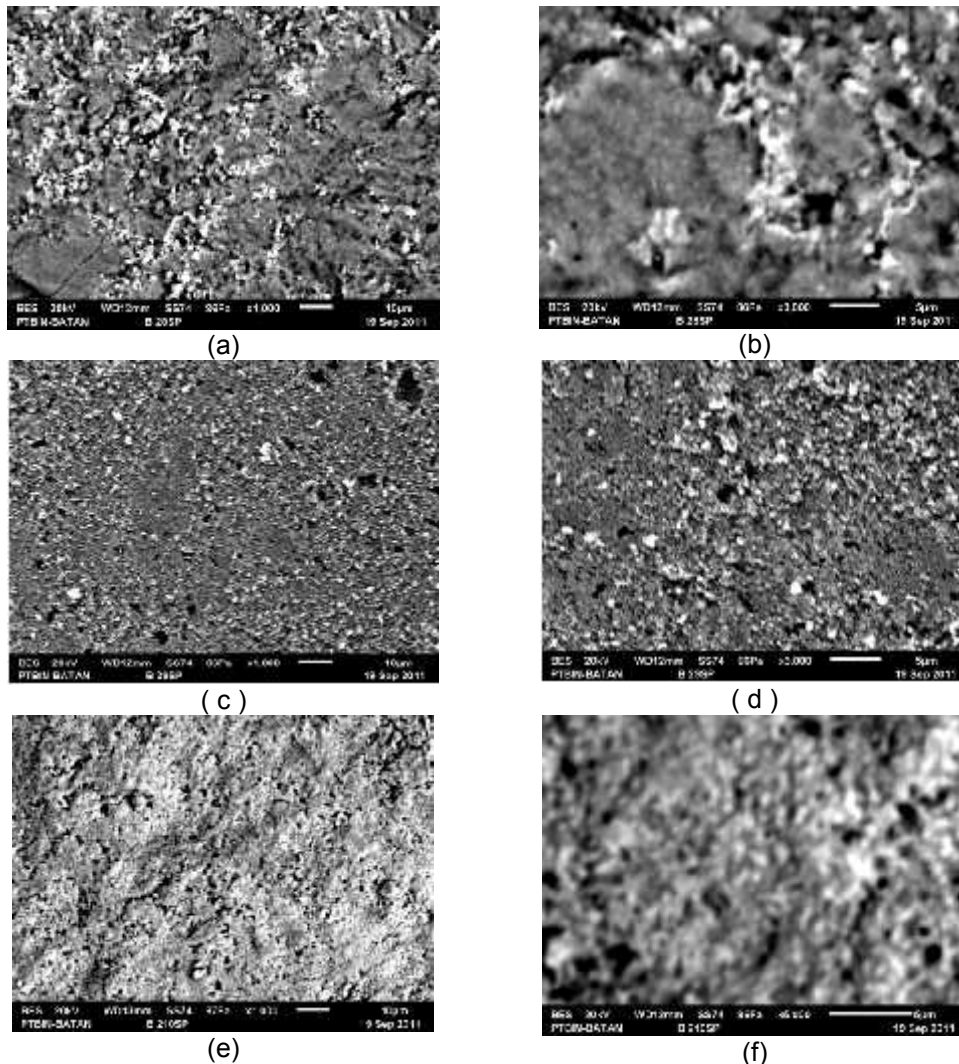
Mekanisme pembentukan reaksi padatan barium heksaferit terjadi dalam dua tahap: (i) penguraian BaCO_3 disertai dengan pembentukan monoforit dan (ii) difusi Ba^{+2} ke dalam oksida besi:



Kristalin BaFe_2O_4 dilaporkan sebagai fase antara yang sangat penting dalam pembentukan barium heksaferit melalui reaksi padatan antara BaCO_3 dan Fe_2O_3 .



Gambar 1. Pola difraksi sinar-X dari barium heksaferit sebelum diberi perlakuan panas (a) dan setelah dipanaskan pada 800°C (b), 900°C (c) dan 1000 °C (d) masing-masing selama 5 jam.



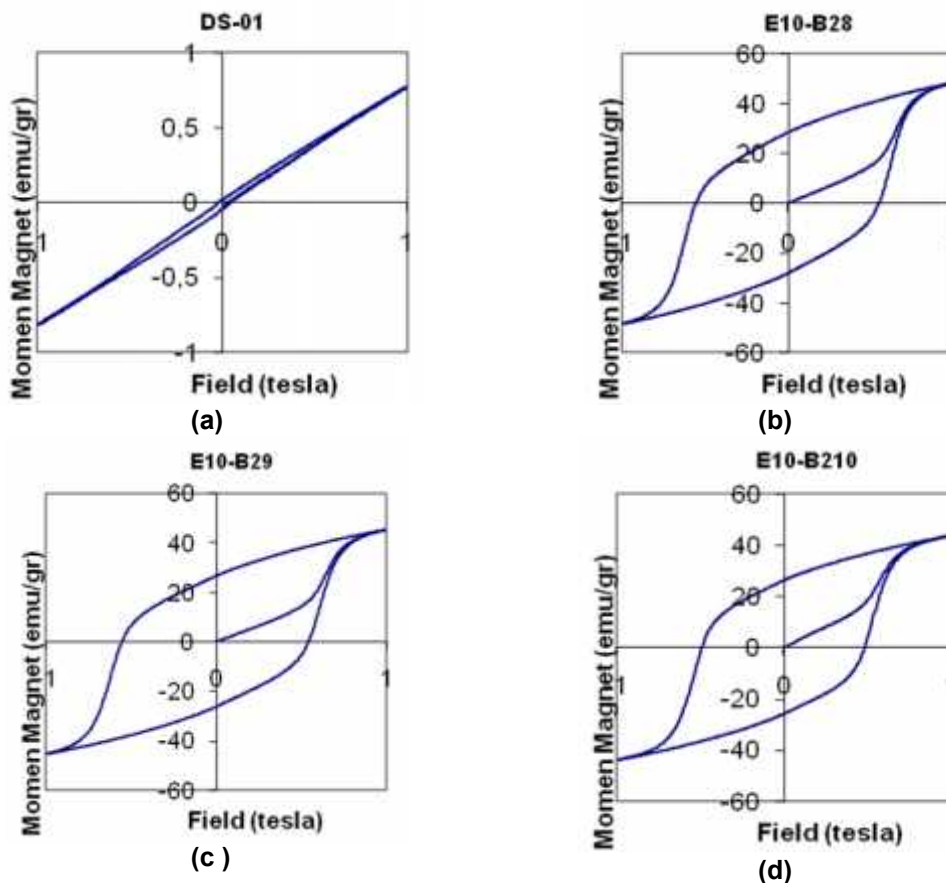
Gambar 2. Struktur mikro barium heksaferit pada cuplikan hasil sinter 800 °C dengan pembesaran 1000 kali (a), 3000 kali (b), pada cuplikan hasil sinter 900 °C dengan pembesaran 1000 kali (c) dan 3000 kali (d), pada cuplikan hasil sinter 1000 °C dengan pembesaran 1000 kali (e) dan 3000 kali (f).

Hasil karakterisasi dengan SEM dapat dilihat pada Gambar 2. Barium heksaferit hasil pemanasan pada 800 °C dengan pembesaran 1000 kali dan pembesaran 3000 kali berturut-turut ditunjukkan pada Gambar 2a dan Gambar 2b, sedangkan barium heksaferit hasil pemanasan pada 900 °C dengan pembesaran 1000 kali dan pembesaran 3000 kali berturut-turut ditunjukkan pada Gambar 2c dan Gambar 2d, dan barium heksaferit hasil pemanasan pada 900 °C dengan pembesaran 1000 kali dan

pembesaran 3000 kali berturut-turut ditunjukkan pada Gambar 2e dan Gambar 2f. Tampak bahwa struktur mikro pada cuplikan hasil sinter 800 °C menunjukkan masih banyak pori dibandingkan dengan cuplikan hasil sinter 1000 °C. Hal ini dimungkinkan karena pada suhu 800 °C, proses difusi atom-atom penyusun dan rekristalisasi pada cuplikan belum sempurna.

Tabel 1. Data medan *coercive* intrinsik (H_c), magnetisasi saturasi (M_s), magnetisasi remanen (M_r) dan α dari cuplikan hasil sinter 800 °C, 900 °C dan 1000 °C.

Cuplikan hasil sinter	M_s (emu/g)	M_r (emu/g)	H_c (kOe)	α
800 °C	48,80	28,34	5,35	0,34
900 °C	45,36	27,20	5,55	0,36
1000 °C	43,77	26,14	4,89	0,36



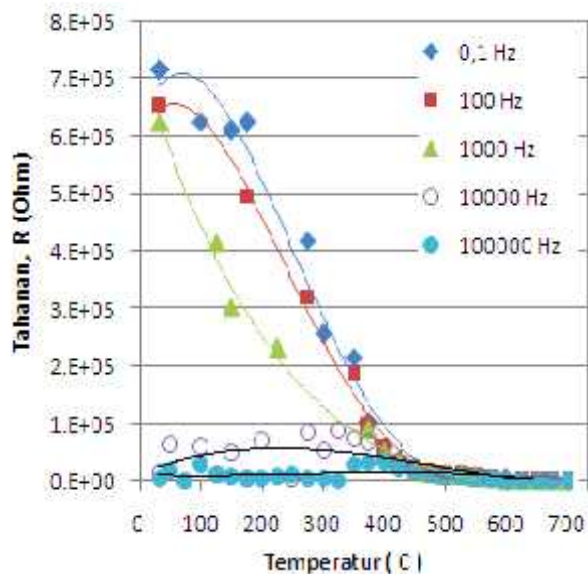
Gambar 3. Loop histerisis barium heksaferit sebelum dipanaskan (a) dan hasil sinter pada 800 °C (b), 900 °C (c) dan 1000 °C (d).

Loop histerisis prekursor barium heksaferit sebelum dipanaskan (Gambar 3a) menampilkan sifat paramagnetik, oleh karena itu tidak tampak adanya magnetisasi saturasi (M_s) magnetisasi remanen (M_r) dan medan *coercive* intrinsik (H_c). Loop histerisis barium heksaferit hasil sinter pada 800 °C, 900 °C dan 1000 °C berturut-turut ditunjukkan pada Gambar 3b, 3c, dan Gambar 3d. Tampak bahwa ketiga cuplikan menampilkan sifat ferromagnetik, ditandai dengan munculnya besaran M_s , M_r dan H_c . Data medan *coercive* intrinsik, magnetisasi saturasi, magnetisasi remanen, dan α untuk ketiga cuplikan tersebut ditunjukkan pada Tabel 1. Dimana $\alpha = (M_r/M_s)^2$ merupakan parameter yang menunjukkan derajat kontribusi fasa ferromagnetik; semakin besar α ($\approx 1,0$) semakin besar kontribusi ferromagnetiknya. Dan harga α tertinggi yakni 0,36 dicapai pada cuplikan hasil sinter 900 °C dan 1000 °C. Jadi, suhu sinter 900 °C adalah suhu mulai terbentuknya fasa barium heksaferit, hal ini dapat terlihat pada data difraksi sinar-X pada Gambar 1, dimana puncak-puncak fasa barium heksaferit sudah terlihat jelas.

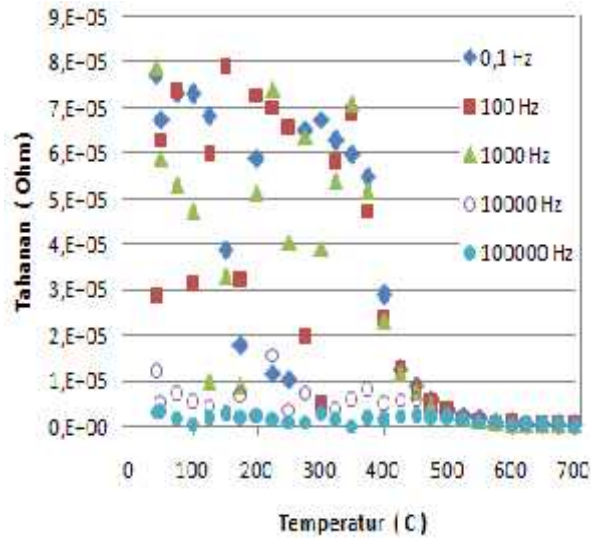
Sifat listrik barium heksaferit ditunjukkan pada Gambar 4, Gambar 5, Gambar 6, Gambar 7, Gambar 8 dan Gambar 9. Pengukuran sifat listrik barium heksaferit hasil sinter pada 800 °C, 900 °C dan 1000 °C dilakukan dengan memvariasikan suhu mulai dari suhu ruang hingga 700 °C dan variasi frekuensi mulai dari 10^{-1} Hz sampai 10^5 Hz. Tampak pada Gambar 4, bahwa ketika cuplikan

diberi frekuensi 10^{-1} Hz hingga 10^3 Hz, tahanan cuplikan menyusut dari sekitar $6,5 \times 10^5$ Ohm hingga lebih kecil dari 1×10^5 Ohm sejalan dengan bertambahnya suhu dari suhu kamar hingga 450 °C. Pada frekuensi tinggi 10^4 Hz sampai dengan 10^5 Hz, tahanan cuplikan tidak lagi bergantung pada suhu. Dimana tahanan tetap pada harga kurang dari 1×10^5 Ohm. Karakteristik tahanan cuplikan terhadap suhu pada frekuensi tinggi menampilkan sifat yang sama baik untuk cuplikan hasil sinter 800 °C, 900 °C, maupun 1000 °C. Namun pada frekuensi 10^{-1} Hz hingga 10^3 Hz terdapat perbedaan yang cukup berarti. Dimana untuk cuplikan hasil sinter 1000 °C, tahanan baru bisa mencapai kurang dari 1×10^5 Ohm setelah pemanasan di atas 500 °C (Gambar 6).

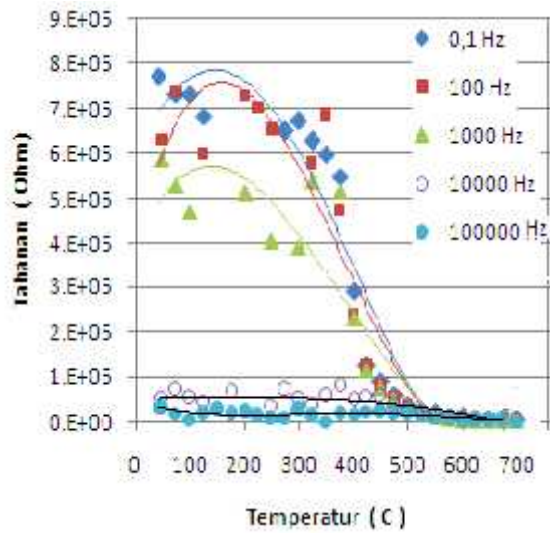
Hubungan antara konduktansi (Siemen) terhadap suhu (°C) menampilkan karakteristik yang sama pada kedua jenis cuplikan (hasil sinter 800 °C, 900 °C dan 1000 °C) tidak bergantung pada besarnya frekuensi yang diterapkan (Gambar 6, Gambar 7, dan Gambar 8). Namun terdapat sedikit perbedaan hubungan antara impedansi terhadap suhu. Dimana pada cuplikan hasil sinter 800°C dan 900 °C untuk frekuensi 10^{-1} Hz hingga 10^3 Hz, harga impedansi kurang dari 1×10^5 Ohm sudah dicapai pada suhu sekitar 400 °C (Gambar 8 dan Gambar 9) sedangkan pada cuplikan hasil sinter 1000 °C, harga impedansi tersebut baru dicapai pada suhu sekitar 500 °C (Gambar 10).



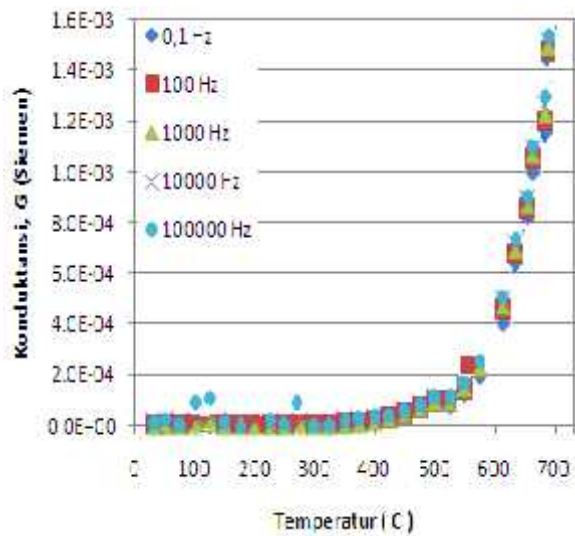
Gambar 4. Kurva hubungan antara tahanan terhadap suhu pada cuplikan barium heksaferit hasil sinter 800 °C.



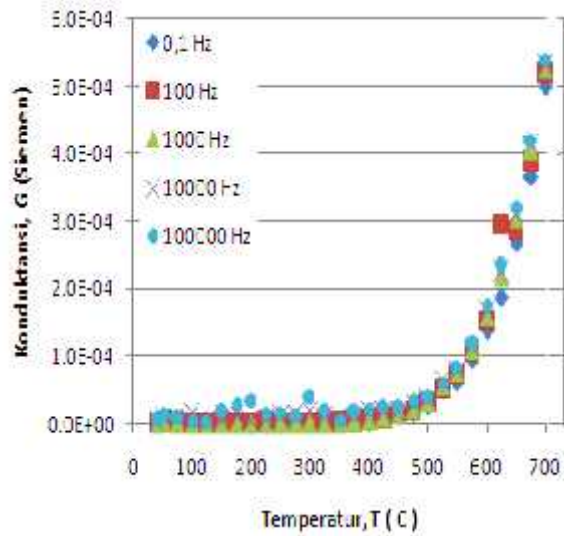
Gambar 5. Kurva hubungan antara tahanan terhadap suhu pada cuplikan barium heksaferit hasil sinter 900 °C.



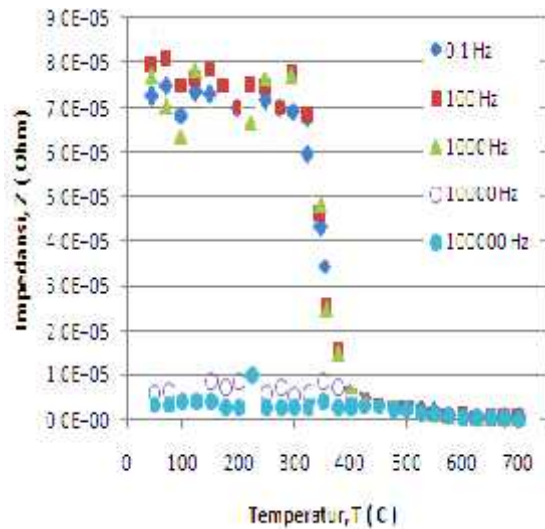
Gambar 6. Kurva hubungan antara tahanan terhadap suhu pada cuplikan barium heksaferit hasil sinter 1000 °C.



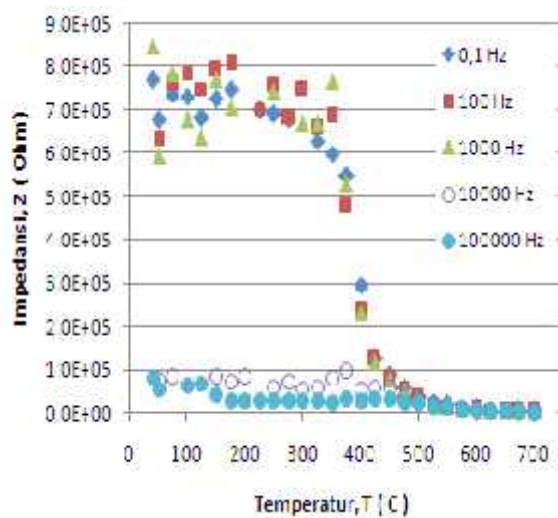
Gambar 7. Kurva hubungan antara konduktansi terhadap suhu pada cuplikan barium heksaferit hasil sinter 900 °C.



Gambar 8. Kurva hubungan antara konduktansi terhadap suhu pada cuplikan barium heksaferit hasil sinter 1000 °C



Gambar 9. Kurva hubungan antara impedansi terhadap suhu pada cuplikan barium heksaferit hasil sinter 900 °C



Gambar 10. Kurva hubungan antara impedansi terhadap suhu pada cuplikan barium heksaferit hasil sinter 1000 °C.

KESIMPULAN

Telah berhasil dibuat magnet barium heksaferrite ($\text{BaFe}_{12}\text{O}_{19}$) dengan metode kopresipitasi dari bahan dasar $\text{Ba}(\text{NO}_3)_2$ dan $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$. Hasil difraksi sinar-X fasa barium heksaferrit mulai terbentuk pada suhu 900 °C. Barium heksaferrit menampilkan loop histerisis dengan harga magnetisasi saturasi, $M_s = 43,77$ - $48,80$ emu/g, magnetisasi remanen, $M_r = 26,14$ - $28,34$ emu/g, dan medan *coercive* intrinsik, $H_c = 4,89$ - $5,35$ kOe. Sifat magnet tersebut dipengaruhi oleh struktur mikro. Resistivitas dan impedansi bahan menyusut sejalan dengan bertambahnya suhu menyerupai sifat logam. Sedangkan konduktansi sebaliknya, meningkat dengan bertambahnya suhu mulai dari suhu sekitar 500 °C. Pada frekuensi tinggi ($>10^3$ Hz), baik resistivitas, konduktansi, maupun impedansi tidak terpengaruhi oleh perubahan suhu.

UCAPAN TERIMAKASIH

Ucapan terimakasih disampaikan kepada Bapak Ir. Iman Kuntoro (Kepala PTBIN), Bapak Drs. Saeful Yusuf, MT (Kepala BKAN), dan Bapak Drs. Aloma Karo Karo, M.Sc. (Ka Bag TU) yang telah membantu kelancaran jalannya kegiatan litbang ini. Litbang ini dibiayai oleh proyek Riset Insentif, KNRT, 2011.

DAFTAR PUSTAKA

- Bhavikatti, A.M., S. Kulkarni, and A. Lagashetty. 2010. Impedance spectroscopy and σ dc studies of Nano-sized Magnesium ferrite. *International journal of materials science* 5(3): 351-359.
- Chauhan, P. 2010. *Preparation and Characterization of Barium Heksaferrit by Barium Hexaferrite by Barium Monoferrite*. Dissertation. Master of Technology in Materials and Metallurgical Engineering, Thapar University, Patiala.
- Costa, M.M., G.F.M. Pires Junior, and A.S.B. Sombra. 2010. Dielectric and Impedance Properties Studies of the Lead Doped (PbO)- Co_2Y Type Hexaferrite ($\text{Ba}_2\text{Co}_2\text{Fe}_{12}\text{O}_{22}$ (Co_2Y)). *International Journal of Materials chemistry and physics* (123) : 35–39.
- Jeevan J., Y.K. Hong, J.J. Lee, G.S. Abo, J.H. Park, A.M. Lane, S.G. Kim, and S.C. Erwin. 2010. Conversion of Worm-Shaped Antiferromagnetic Hematite to Ferrimagnetic Spherical Barium-Ferrite Nanoparticles for Particulate Recording Media. *IEEE magnetics letters*. 1, 4500204.
- Kanagesan, S., M. Hashim, S. Jesurani, T. Kalaivani, and I. Ismail. 2014. Microwave sintering of Zn-Nb doped Barium Hexaferrite synthesized via sol-gel method. *Materials sciences and applications* 5 : 171-176.
- Kolev, S., D. Lisjak, and M. Drogenik. 2011. Preparation and characterisation of magnetically ordered columnar structures of Barium ferrite particles. *Journal of Experimental Nanoscience* 6 (4) : 362-373.
- Meng, Y.Y., M.H. He, Q. Zeng, D.I. Jiao, S. Shukla, R.V. Ramanujan, and Z.W. Liu. 2014. Synthesis of barium ferrite ultrafine powders by a sol-gel combustion method using glycine gels. *Journal of alloys and compounds* 583 : 220-225.
- Mohsen, Q. 2010. Factors Affecting the Synthesis and Formation of Single-Phase Barium Hexaferrite by a Technique of Oxalate Precursor. *American Journal of applied sciences* 7 (7) ; 914-921.
- Srinivas, S. M.M. Raja, D. Sivaprahasam, P. Saravanan. 2013. Enhanced Ferroelectricity and Magnetoelectricity in 0.75BaTiO_3 - $0.25\text{BaFe}_{12}\text{O}_{19}$ by Spark Plasma Sintering. *Processing and application of ceramics* 7(1) : 29-35.
- Sukanta D., G.C. Nayak, S.K. Sahu, P.C. Routray, A.K. Roy, and H. Baskey. 2014. Microwave absorption properties of double-layer RADAR absorbing materials based on doped Barium Hexaferrite/ TiO_2 /conducting carbon black. *Journal of Engineering*. Article ID 468313 : 5.
- Zhang H., L. Jie, S. Hua, Z.T. Chuan, L. Yang, and Z.Z. Liang. 2013. Development and application of ferrite materials for low temperature co-fired ceramic technology. *China Phys. B*. 22(11) : 117504.