

Analisis Strukt Kristal Dan Sifat Magnet $\text{SrO} \cdot 6\text{Fe}_2\text{O}_3$ Yang Dihasilkan Via Solid-Solid Mixing Dan Sintering

Muljadi, Prijo Sardjono, Perdamean Sebayang

Pusat Penelitian Fisika-LIPI

Kawasan Puspiptek Serpong Tangerang Selatan

Email : muljadi2002@yahoo.com

Abstrak – Telah dilakukan sintesis dan karakterisasi bahan magnet $\text{SrO} \cdot 6\text{Fe}_2\text{O}_3$. Bahan system $\text{SrO} - \text{Fe}_2\text{O}_3$ dibuat melalui proses solid-solid mixing dan di sintering pada suhu 1200°C selama 2 jam. Hasil refinement dari pola difraksi sinar-x menunjukkan bahwa telah terbentuk single phase bahan magnet system $\text{SrO} \cdot 6\text{Fe}_2\text{O}_3$ dengan struktur kristal heksagonal. Hasil pengukuran sifat magnet menunjukkan bahwa bahan $\text{SrO} \cdot 6\text{Fe}_2\text{O}_3$ memiliki medan koersivitas, magnetisasi saturasi, dan magnetisasi remanen berturut-turut adalah 1650 Oe, 63.21 emu/gr, dan 48.01 emu/gr. Disimpulkan bahwa telah berhasil dibuat magnet $\text{SrO} \cdot 6\text{Fe}_2\text{O}_3$ dengan karakteristik sifat magnetic yang relative tinggi sehingga diharapkan dapat diaplikasikan sebagai komponen motor.

Kata kunci : $\text{SrO} \cdot 6\text{Fe}_2\text{O}_3$, mechanical alloying, struktur kristal, sifat magnet

Abstract – The synthesis and characterization of $\text{SrO} \cdot 6\text{Fe}_2\text{O}_3$ has been performed. The synthesis of $\text{SrO} - \text{Fe}_2\text{O}_3$ system as magnetic material are used by method through the solid-solid mixing and sintered at 1200°C for 2 hours. The result of refinement of x-ray diffractions showed that the single phases of of $\text{SrO} \cdot 6\text{Fe}_2\text{O}_3$ system magnetic materials have been formed with the crystal structure of hexagonal. The result of magnetic properties show that the sample has coercive field, saturated magnetization, and remanence magnetization are 1650 Oe, 63.01 emu/gr, and 48.21 emu/gr, respectively. We conclude that the single phases of of $\text{SrO} \cdot 6\text{Fe}_2\text{O}_3$ magnetic materials have been synthesized with successfully and able to expected to apply as motor component.

Keywords: $\text{SrO} \cdot 6\text{Fe}_2\text{O}_3$, mechanical milling, crystal structure.

I. PENDAHULUAN

Ferrite memiliki struktur yang sangat beragam bergantung pada komposisi pembentuknya. Namun bila ditinjau berdasarkan penyusunan kisi kristal utamanya, ferrite digolongkan menjadi tiga kelas utama, yaitu spinel, garnet, dan hexagonal. Struktur spinel memiliki jari-jari atom yang sangat bervariasi sehingga mampu membentuk fasa dengan kombinasi yang sangat beragam namun tidak semua kombinasi-kombinasi tersebut dapat menghasilkan fasa solid solution [1]. Sedangkan struktur garnet ditemukan dalam bentuk $\text{Y}_3\text{Fe}_5\text{O}_{12}$ yang lazim disebut dengan Yttrium Iron Garnet [2]. Garnet memiliki struktur yang sangat kompleks. Dalam satu unit sel kubus terdapat 160 atom yang terdiri dari 96 ion O^{2-} bertindak sebagai anion, 24 ion Y^{3+} yang bertindak sebagai kation, 24 ion Fe^{3+} tersusun secara tetrahedral, dan 16 ion Fe^{3+} tersusun secara octahedral [3]. Semua ion-ion tersebut membentuk satu struktur yang hamper mirip dengan spinel, namun karena Yttrium memiliki jari-jari atom yang sangat besar, maka mampu mendistorsi kisi membentuk struktur garnet.

Jenis yang ketiga adalah struktur hexagonal atau sering disebut dengan struktur bahan hexaferrite. Bahan hexaferrite bila ditinjau dari struktur kristalnya dapat dibedakan menjadi 6 (enam) tipe, yaitu tipe M, W, Y, Z, X, dan U [4]. Tipe M disebut juga dengan struktur magnetoplumbit. Tipe M yang paling populer adalah

$\text{BaO} \cdot \text{Fe}_2\text{O}_3$ yang tersusun atas 2 blok spinel untuk membentuk struktur Fe_6O_8 dalam susunan S dan S*, dan blok R yang berisi ion Barium dan ion Oksigen membentuk struktur $\text{BaFe}_6\text{O}_{11}$ [4]. Sehingga struktur kristal tipe M ini berisi ion-ion yang tersusun secara RSR^*S^* . Jumlah perbandingan antara BaO dan Fe_2O_3 tipe M konvensional ini memiliki rasio sebesar 1 : 6. Hexaferrite tipe M ini juga memiliki medan anisotropi (H_a) sangat tinggi hingga mencapai 35 kG dan konstanta anisotropi kristal sebesar $3,3 \times 10^5 \text{ Jm}^{-3}$ [5]. Sehingga berpotensi untuk digunakan sebagai magnet permanen dengan menghasilkan energy produk maksimum magnet sebesar $45,26 \text{ kJ.m}^{-3}$.

Senyawa lain yang memiliki struktur Hexaferrite tipe M ini adalah $\text{SrO} \cdot \text{Fe}_2\text{O}_3$ yang juga memiliki perbandingan mol antara SrO dengan Fe_2O_3 sebesar 1 : 6. Karakteristik fisis yaitu jari-jari atomic, kovalen, dan kerapatan atomiknya dari atom stronsium jauh lebih kecil dibandingkan dengan atom barium, sehingga sangat menarik untuk dipahami struktur kristal bahan ini dibandingkan dengan $\text{BaO} \cdot \text{Fe}_2\text{O}_3$.

Pada penelitian ini akan dilakukan pembuatan single phase bahan magnet sistem $\text{SrO} \cdot \text{Fe}_2\text{O}_3$ dengan menggunakan metode mechanical alloying. Sedangkan pembahasan pada penelitian ini akan dikhususkan pada tinjauan analisis struktur kristal bahan pada bahan tersebut dengan menggunakan perangkat lunak GSAS (general

structure analysis system) [6]. Jadi tujuan penelitian ini adalah untuk menganalisis struktur kristal bahan magnet sistem SrO₆Fe₂O₃ dan memahami parameter-parameter struktur kristal bahan ini berdasarkan sifat magnetiknya.

Ferrite memiliki struktur yang sangat beragam bergantung pada komposisi pembentuknya. Namun bila ditinjau berdasarkan penyusunan kisi kristal utamanya, ferrite digolongkan menjadi tiga kelas utama, yaitu spinel, garnet, dan hexagonal. Struktur spinel memiliki jari-jari atom yang sangat bervariasi sehingga mampu membentuk fasa dengan kombinasi yang sangat beragam namun tidak semua kombinasi-kombinasi tersebut dapat menghasilkan fasa solid solution [1]. Sedangkan struktur garnet ditemukan dalam bentuk Y₃Fe₅O₁₂ yang lazim disebut dengan Yttrium Iron Garnet [2]. Garnet memiliki struktur yang sangat kompleks. Dalam satu unit sel kubus terdapat 160 atom yang terdiri dari 96 ion O²⁻ bertindak sebagai anion, 24 ion Y³⁺ yang bertindak sebagai kation, 24 ion Fe³⁺ tersusun secara tetrahedral, dan 16 ion Fe³⁺ tersusun secara octahedral [3]. Semua ion-ion tersebut membentuk satu struktur yang hamper mirip dengan spinel, namun karena Yttrium memiliki jari-jari atom yang sangat besar, maka mampu mendistorsi kisi membentuk struktur garnet.

Jenis yang ketiga adalah struktur hexagonal atau sering disebut dengan struktur bahan hexaferrite. Bahan hexaferrite bila ditinjau dari struktur kristalnya dapat dibedakan menjadi 6 (enam) tipe, yaitu tipe M, W, Y, Z, X, dan U [4]. Tipe M disebut juga dengan struktur magnetoplumbit. Tipe M yang paling populer adalah BaO₆Fe₂O₃ yang tersusun atas 2 blok spinel untuk membentuk struktur Fe₆O₈ dalam susunan S dan S*, dan blok R yang berisi ion Barium dan ion Oksigen membentuk struktur BaFe₆O₁₁ [4]. Sehingga struktur kristal tipe M ini berisi ion-ion yang tersusun secara RSR*S*. Jumlah perbandingan antara BaO dan Fe₂O₃ tipe M konvensional ini memiliki rasio sebesar 1 : 6. Hexaferrite tipe M ini juga memiliki medan anisotropi (H_a) sangat tinggi hingga mencapai 35 kG dan konstanta anisotropi kristal sebesar 3,3 x 10⁵ Jm⁻³ [5]. Sehingga berpotensi untuk digunakan sebagai magnet permanen dengan menghasilkan energy produk maksimum magnet sebesar 45,26 kJ.m⁻³.

Senyawa lain yang memiliki struktur Hexaferrite tipe M ini adalah SrO₆Fe₂O₃ yang juga memiliki perbandingan mol antara SrO dengan Fe₂O₃ sebesar 1 : 6. Karakteristik fisis yaitu jari-jari atomic, kovalen, dan kerapatan atomiknya dari atom stronsium jauh lebih kecil dibandingkan dengan atom barium, sehingga sangat menarik untuk dipahami struktur kristal bahan ini dibandingkan dengan BaO₆Fe₂O₃.

Pada penelitian ini akan dilakukan pembuatan *single phase* bahan magnet sistem SrO₆Fe₂O₃ dengan menggunakan metode *mechanical alloying*. Sedangkan pembahasan pada penelitian ini akan dikhususkan pada tinjauan analisis struktur kristal bahan pada bahan tersebut dengan menggunakan perangkat lunak GSAS (*general structure analysis system*) [6]. Jadi tujuan penelitian ini adalah untuk menganalisis struktur kristal bahan magnet

sistem SrO₆Fe₂O₃ dan memahami parameter-parameter struktur kristal bahan ini berdasarkan sifat magnetiknya.

II. METODE PENELITIAN/EKSPERIMEN

Sintesis bahan SrO₆Fe₂O₃ dilakukan menggunakan metode reaksi padatan dengan oksida-oksida penyusun adalah SrCO₃ dan Fe₂O₃ dengan perbandingan stoikiometri unsur Sr : Fe = 1 : 12. Kedua bahan dasar tersebut diperoleh dari produk Merck dengan kemurnian lebih dari 99 %. Kedua bahan dasar tersebut dicampur menggunakan alat milling yang berada di laboratorium Fisika, Pusat Penelitian Fisika (P2F), Lembaga Ilmu Pengetahuan Indonesia (LIPI) dengan spesifikasi *normal speed 1400 rpm, run time 90 menit, of time 30 menit*, dan *on of cycle 1 kali*. Dimensi *vial* HEM, panjang 7,6 cm dan diameter 5,1 cm. Sedangkan diameter *ball mill* sebesar 10 mm, terbuat dari bahan *stainless steel*. Tujuan milling ini agar diperoleh campuran yang homogen dan partikel yang relatif kecil sehingga pada saat disintering akan memudahkan proses difusi antar partikel sehingga diharapkan akan terbentuk paduan yang *single phase* sesuai dengan persamaan reaksi sebagai berikut :

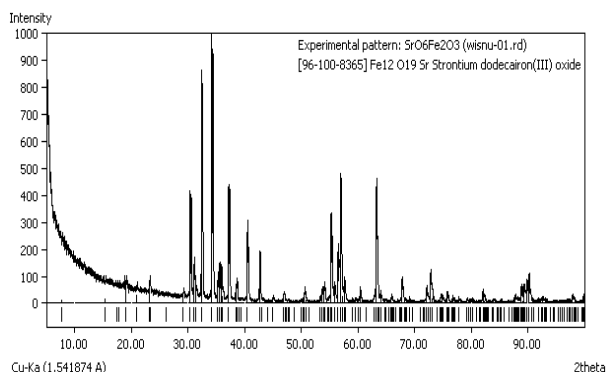


Campuran hasil proses milling kemudian dibuat sampel pelet yang dikompaksi dengan alat cetak yang memiliki diameter 2 cm dan ketebalan 2 mm. Sampel pelet tersebut disintering pada suhu 1200 °C selama 2h dan didinginkan di dalam lingkungan furnace. Setelah itu sebagian sampel pelet hasil sintering digerus kembali untuk dikarakterisasi baik struktur kristal, struktur mikro, maupun sifat magnetiknya. Analisis kualitas dan kuantitas fasa-fasa yang ada di dalam sampel diukur menggunakan alat *x – ray diffractometer (XRD) Philip* tipe PW1710. Pengukuran pola difraksi sampel dilakukan dengan berkas sinar-x dari *tube anode Cu* (copper) dengan panjang gelombang, $\lambda = 1,5406 \text{ \AA}$, *mode: continuous-scan, step size : 0,02°*, dan *time per step : 0,5 detik*. Pengamatan struktur mikro dan analisis elementer dilakukan dengan menggunakan alat *scanning electron microscope (SEM)* merek JEOL, sedangkan sifat magnetik bahan diuji dengan menggunakan peralatan *vibrating sample magnetometer (VSM)* merek Oxford,

IV. HASIL DAN PEMBAHASAN

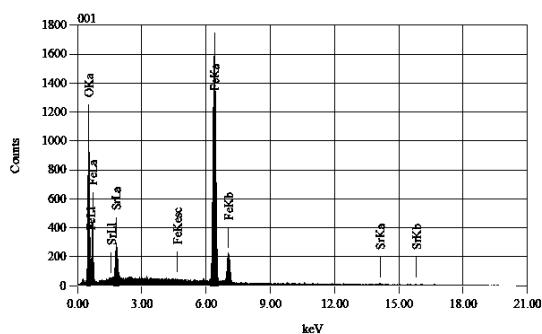
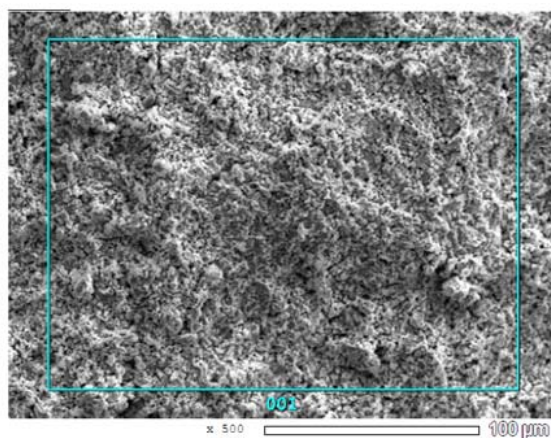
Hasil pengukuran pola difraksi sinar-x dari proses difusi antara partikel yang dihasilkan dari sintering pada suhu 1200 °C yang diharapkan dapat terbentuk paduan yang *single phase* SrFe₁₂O₁₉ sesuai dengan persamaan reaksi [1]. Pada gambar 1 menunjukkan bahwa serbuk SrCO₃ yang telah dicampur dengan Fe₂O₃ dengan perbandingan mol sebesar 1 : 6, telah disinter 1200oC selama 2 jam diperoleh suatu bentuk fasa baru yaitu fasa SrO₆Fe₂O₃. Berdasarkan hasil identifikasi dengan menggunakan *JCPDS File*, bahwa puncak-puncak indek Miller dari sampel yang diperoleh menunjukkan bahwa puncak-puncak tersebut telah berimpit

dengan fasa SrO₆Fe₂O₃ seperti yang ditunjukkan pada Gambar 1.



Gambar 1. Pola difraksi sinar X sampel yang telah disinter. 1200 °C selama 2h

Hasil pengamatan morfologi permukaan dengan menggunakan SEM dan analisis elementer dengan EDS seperti yang diperlihatkan pada Gambar 2.

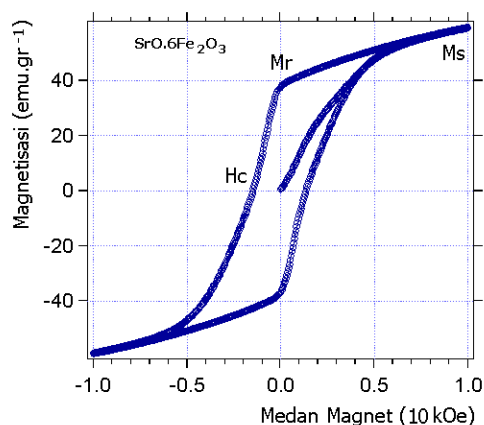


Element	(keV)	Mass%	Error%	Atom%	K
O K	0.525	25.31	0.07	54.94	30.8628
Fe K	6.398	68.51	0.19	42.61	64.7417
Sr L	1.806	6.18	0.21	2.45	4.3955
Total		100.00		100.00	

Gambar 2. Hasil analisis elementer sampel SrO₆Fe₂O₃

Pada Gambar 2 ditunjukkan bahwa sampel SrO₆Fe₂O₃ terlihat sangat homogen yang terdistribusi merata diseluruh

permukaan sampel. Berdasarkan hasil analisis elementer bahwa sampel hanya mengandung 3 unsur utama yaitu stronsium (Sr), besi (Fe), dan oksigen (O) yang berturut-turut sebesar 6.18 %, 68.51 %, dan 25.31 % berat. Dengan demikian diduga bahwa bahan SrFe₁₂O₁₉ telah terbentuk dengan baik. Berdasarkan hasil identifikasi fasa dan analisis komposisi terbukti bahwa sampel tersebut adalah SrO₆Fe₂O₃, namun bahan ini merupakan bahan magnetik sehingga seharusnya bahan ini memiliki sifat magnetik yang baik untuk itu dilakukan uji sifat magnetik. Pada Gambar 3 diperlihatkan kurva histeresis sampel SrO₆Fe₂O₃ yang diukur pada medan magnet dari -10 kOe sampai 10 kOe.



Gambar 3. Kurva histeresis sampel SrO₆Fe₂O₃

Kurva hysteresis loop sampel ini terdiri dari *intrinsic saturation* Ms, *remanence* Mr, dan *coercivity* Hc yang hasilnya ditunjukkan pada Tabel 1.

Table 1. Data hasil pengukuran sifat magnetic sampel SrO₆Fe₂O₃

Sample	Remanence, Mr (emu.gr ⁻¹)	Saturation, Ms (emu.gr ⁻¹)	Coercivity, Hc (Oe)
SrO ₆ Fe ₂ O ₃	43.21	68.01	1650

IV. KESIMPULAN

Pada penelitian ini telah berhasil dilakukan pembuatan sampel single phase single phase bahan magnet SrO₆Fe₂O₃. Hasil refinement dari pola difraksi sinar-x menunjukkan bahwa telah terbentuk *single phase* bahan magnet system SrO₆Fe₂O₃ dengan struktur kristal heksagonal. sifat magnet menunjukkan bahwa bahan SrO₆Fe₂O₃ memiliki medan koersivitas, magnetisasi saturasi, dan magnetisasi remanen berturut-turut adalah 1650 Oe, 63.21 emu/gr, dan 48.01 emu/gr.

UCAPAN TERIMA KASIH

Kami ucapkan terima kasih kepada Sdr Wisnu Ariadi dari PTBIN – Batan yang telah banyak membantu menganalisis hasil XRD dengan program GSAAS.

PUSTAKA

- [1] Nurhidayat Mokhtar, Mustaffa hj. Abdullah* & Sahrim hj. Ahmad, Structural and Magnetic Properties of Type-M Barium Ferrite – Thermoplastic Natural Rubber Nanocomposites, *Sains Malaysiana* 41(9)(2012): 1125–1131
- [2] BIN YU, LU QI, HUI SUN, JIAN-ZHONG YE, *J Mater Sci* (2007) 42:3783–3788.
- [3] KOJIMA, H., *Fundamental Properties of Hexagonal Ferrites with Magnetoplumbite Structure*, vol. 3; ed. E. P. Wohlfarth, North Holland Publishing Company, Amsterdam, 1982.
- [4] ESTEVEZ RAMS, E., MARTINEZ GARCIA, R., REGUERA, E., MONTIEL, SANCHEZ, E., and MADEIRA, H. Y., *Structural Transformation with Milling on Sol-Gel Precursor for BaM Hexaferrite*, *J. Phys. D: Appl. Phys.* 33, (2000) 2708-2715
- [5] R. Nowosielski , R. Babilas , G. Dercz b, L. Pajk , J. Wrona, **Structure and properties of barium ferrite powders prepared by milling and annealing** *Archives of Materials Science and Engineering*, Volume 28 ,Issue 12, 2007, pp. 735-742