

Jurnal Artikel

Analisis Ukuran Kristal Dan Sifat Magnetik Melalui Proses Pemesinan Milling Menggunakan Metode Karakterisasi Xrd, Mechanical Alloying, Dan Ultrasonik Tekanan Tinggi Pada Material Barium Hexaferrite (Baf₁₂O₁₉)

Zulkani Sinaga¹, Joniwarta²

¹ Program Studi Teknik Industri, Universitas Bhayangkara Jakarta Raya, Jakarta

² Program Studi Teknik Ilmu Informatika, Universitas Bhayangkara Jakarta Raya, Jakarta.

¹zulkani.sinaga@dsn.ubharajaya.ac.id, ²Joniwarta@dsn.ubharajaya.ac.id

*Corresponding author – Email : ¹zulkani.sinaga@dsn.ubharajaya.ac.id

Artikel Info - : **Received** : 06-01-2020; **Revised** : 28 Feb 17 Feb 2020; **Accepted**: 28 Feb 2020

Abstrak

Sintesa terhadap ukuran kristal dan sifat magnet dari material Barium Hexaferrite (BHF) hasil proses pemesinan milling selama 60 jam, setiap 10 jam proses pemesinan di lakukan analisa untuk mengetahui ukuran partikel. Setelah proses pemanasan 1100o C dan penahanan selama 2 jam, dikarakterisasi XRD dan PSA. Dengan pendekatan persamaan Scherrer di dapat di sintesa ukuran kristal, dan partikel dari material BHF menggunakan pengolahan melalui perangkat lunak Match diperoleh material satu fasa dengan nilai FWHM dengan parameter kisi $a = b = 5,8920 \text{ \AA}$, $c = 23,1830 \text{ \AA}$, struktur kristal berbentuk hexagonal, space group P63/mmc dan masa jenis 5,926 g/cm³. Ukuran kristal (crystallite size) dihitung berdasarkan puncak-puncak difraksi. Hasil perhitungan persamaan Scherrer diperoleh puncak indeks bidang kristal [hkl] dengan posisi puncak sudut $2\theta \approx 30^\circ$ dan nilai rata-rata ukuran kristal yang terbentuk pada setiap bidang kisi dari BHF sebesar 57, 63639 nm.

Kata kunci : XRD, Milling, Ukuran Kristal, Persamaan Scherrer, Parameter kisi, FWHM.

Abstract

Synthesis of the crystal size and magnetic properties of the Barium Hexaferrite (BHF) material resulting from the milling machining process for 60 hours, every 10 hours the machining process is analyzed to determine the particle size. After 1100o C heating and detention for 2 hours, XRD and PSA were characterized. With the Scherrer equation approach it can be synthesized in crystal size, and particles from BHF material using processing through Match software obtained single phase material with FWHM values with lattice parameters $a = b = 5.8920 \text{ \AA}$, $c = 23.1830 \text{ \AA}$, crystal structure hexagonal shape, P63 / mmc space group and density of 5,926 g / cm³. Crystallite size is calculated based on diffraction peaks. The calculation result of the Scherrer equation obtained the peak of the crystal field index [hkl] with an angle peak position of $2\theta \approx 30^\circ$ and the average value of the crystal size formed in each lattice plane of the BHF of 57,63639 nm.

Keywords : XRD, Milling, Crystal Size, Scherrer Equation, Lattice Parameters, FWHM.

1. PENDAHULUAN

Penelitian pada bidang material nonlogam khususnya material ferromagnetik terus berkembang, intensif sehingga berbagai

macam material dan fungsinya telah diperkenalkan. Barium Heksaferrite (BaFe₁₂O₁₉) merupakan material Keramik Oksida Kompleks yang memiliki sifat ferromagnetik permanen memiliki

sifat magnetisasi seperti suhu Curie, anisotropi magnetik dan koresivitas tinggi, stabilitas kimia yang sangat baik terhadap korosi, resistivitas dan harganya yang lebih murah dibanding dengan material magnet sejenis, sehingga material ini paling banyak digunakan dalam berbagai aplikasi. Saat ini material Barium Hexaferrite (BHF) secara luas digunakan sebagai komponen dari berbagai perangkat elektronik seperti alat perekam magnetik, komunikasi, pembangkit dan distribusi energi listrik, otomotif, peralatan medis, sebagai dinamo pada pemurnian air, dan penghilang logam pengotor tertentu[1].

Sifat-sifat magnetik dari material ini sangat dipengaruhi oleh komposisi material (aspek stoikiometri), ukuran kristal dan mikrostrukturnya, disamping itu juga metode yang digunakan untuk membuat material ini menjadi kunci penting untuk menghasilkan material yang baik. Pemanfaatan metode X-Ray Diffraction (XRD) memegang peranan penting untuk menganalisis padatan kristalin material. Ukuran kristal material BHF dihitung dari hasil XRD dengan merujuk pada pelebaran grafik puncak-puncak difraksi menggunakan persamaan Scherrer[2][5].

Dari beberapa penelitian mengenai ukuran kristal BHF dengan beberapa perlakuan panas ukuran partikel berkisar antara 30-127 nm dan memiliki struktur kristal hexagonal dengan space group P63/mmc [3][4]. Pada kesempatan ini penulis melakukan karakterisasi XRD material BHF yang disintesis dengan metode Mechanical Alloying. Hasil kurva puncak-puncak difraksi diolah menggunakan perangkat lunak Match versi 3.1 untuk mengetahui parameter kisi, struktur material, dan nilai pelebaran puncak difraksi, kemudian nilai ukuran kristal dihitung dengan menggunakan persamaan Scherrer.

2. MATERIAL DAN METODA

Penelitian ini menggunakan campuran senyawa BaCO_3 dan Fe_2O_3 melalui

perhitungan stoikiometri yang ketat. Barium Karbonat (BaCO_3) dengan (Fe_2O_3) diproses milling selama 60 jam dengan *ball milling* dengan menggunakan wadah media alcohol. Selanjutnya dilakukan proses pengukuran partikel dengan PSA setiap 10 jam milling, dan dilanjutkan. Pembuatan pellet dengan diameter 10 mm, pada tekanan 7 ton untuk kemudian sampel diproses sintering pada suhu 1100°C selama 4 jam dan dilakukan penahan selama 2 jam.

2.1. Material

Sampel yang sudah jadi pellet dikarakterisasi XRD merek Phillips PW3710 menggunakan anoda Co, *divergence slit* 1/40, *receiving slit* 1/5 dan dikalibrasi dengan Si-standar pada sudut 33.124° menggunakan menu *pattern treatment* pada *software Phillips Automated Powder Diffraction (APD)*. Pengambilan data dilakukan pada sudut 20° - 100° dengan step scan 0.02 dan scan time 1 detik yang menghasilkan 4000 data selama ~ 1 jam.

Sampel diproses lanjut dengan milling ulang dan sonikasi selama 12 jam, diperoleh ukuran partikel yang telah menjalani sonikasi diendapkan selama 48 jam. Metode ini memberikan kontrol dengan hasil yang homogen seperti yang ditunjukkan pada Gambar 4 di mana 12 jam sonication menghasilkan diameter partikel 49,28 nm dengan deviasi 7,1 nm.

2.2. Metode

Dengan melakukan pemilihan kurva puncak difraksi masing-masing bidang kristal pada posisi 2θ , kita dapat melihat nilai pelebaran kurva setengah puncak difraksi (FWHM), kemudian dengan nilai tersebut dimasukkan kedalam persamaan Scherrer untuk menentukan besar ukuran kristal BHF. Persamaan Scherrer (1) adalah sebagai berikut :

$$L = \frac{k \cdot \lambda}{\beta \cdot \cos \theta} \quad (2.1)$$

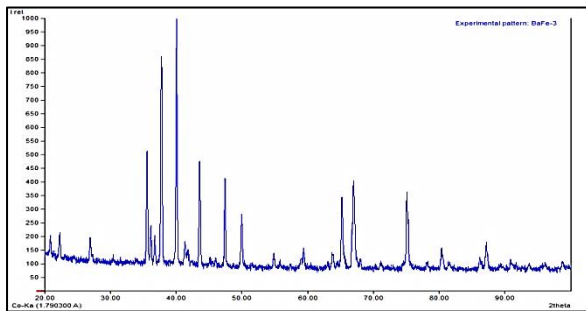
dengan k adalah tetapan Scherrer ($k = 0,9$), λ adalah panjang gelombang sinar-X yang digunakan adalah katoda Co ($\lambda = 1,790$ nm), β adalah FWHM (Full Width at Half Maximum). Dipilih puncak-puncak difraksi yang memiliki intensitas tertinggi dan sudut divergensi $2\theta \geq 30^\circ$. Nilai estimasi ukuran kristal dihitung dengan merata-ratakan nilai ukuran kristal setiap bidang kristal yang telah dipilih.

3. HASIL DAN PEMBAHASAN

3.1 Hasil XRD

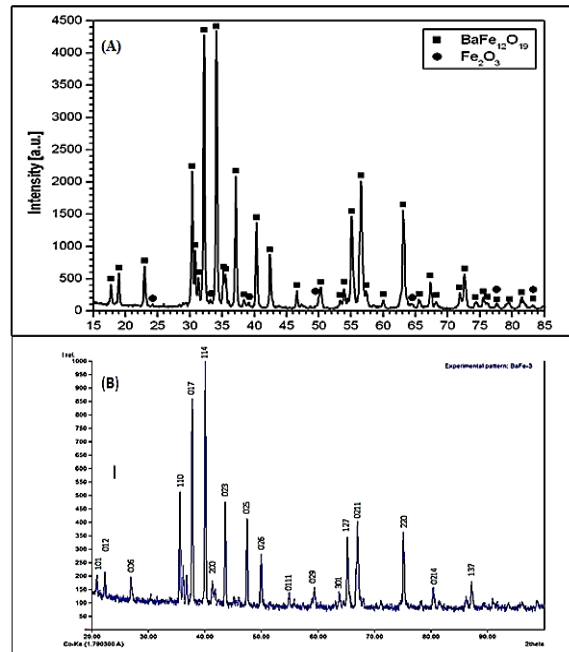
Hasil karakterisasi XRD material BHF menghasilkan keluaran dari instrumen berupa grafik puncak-puncak difraksi seperti yang terlihat pada gambar 1.

Hasil karakterisasi XRD material yang disintesis dengan metode *mechanical alloying* ini kemudian grafiknya dibandingkan dengan karakterisasi material serbuk BHF komersil, dimana analisisnya menggunakan metode Rietveld^{[3][6]}.



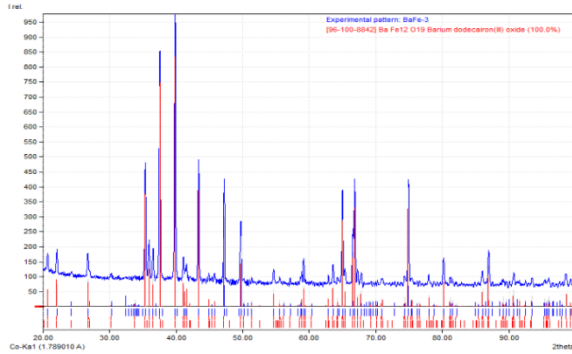
Gambar 3.1 Grafik puncak difraksi BHF

Hasil perbandingan grafiknya terlihat pada gambar 2. Pada gambar 2a (A) terdapat fasa pengotor besi (III) oksida (Fe_2O_3) pada material serbuk BHF komersil, sedangkan pada gambar 2b. (B) tidak ditemukan fasa pengotor yang bersifat anti feromagnetik pada material BHF yang disintesis dengan menggunakan metode *mechanical alloying*.



Gambar 3.2 Kurva puncak difraksi (A) material serbuk BHF komersil, (B) material BHF dengan metode *mechanical alloying*

Dari hasil *matching* menggunakan perangkat lunak Match 3.10 dengan data base ICOD REV184238 yang didapatkan bahwa trend atau pola difraksi XRD material BHF memiliki kemiripan dengan fasa material Barium Dedocairon (III) Oksida dengan nomor data basenya 96-100-8842 yang memiliki rumus kimia $BaFe_{12}O_{19}$. Setelah dilakukan *fitting* dan pemilihan ternyata fasa BHF hanya terdiri dari fasa Barium Dedocairon (III) Oksida ini artinya material BHF yang terbentuk hanya terdiri dari satu fasa (*single phase*) dan juga memiliki rumus kimiawi yang sama dengan material yang diuji. Hasilnya terlihat pada gambar 3.4. Ini menandakan bahwa material yang terbentuk merupakan murni 100% Barium Hexaferrite ($BaFe_{12}O_{19}$), terlihat juga bahwa bidang-bidang pada kristal, yang paling banyak menerima intensitas tertinggi adalah bidang [114]



Gambar 3.3 Hasil matching kurva eksperimen dengan database ICOD pada software MATCH!

Informasi yang diperoleh berdasarkan hasil pengolahan dengan menggunakan perangkat lunak Match 3.1 pada kolom *datasheet* diperoleh nilai parameter kisi material BHF hasil sintesis dengan metode *mechanical alloying* seperti pada tabel 3.1.

Tabel 3.1 Parameter kisi material BHF

| Material | a (Å) | b (Å) | c (Å) | I/I _c | Density (g/cm ³) | Space Group |
|----------|------------|------------|-------------|------------------|------------------------------|----------------------------|
| BHF | 5,89 20 | 5,89 20 | 23,1 830 | 2,8 9 | 5,296 | P 6 ₃ /m m c |

Sistem kristal yang terbentuk dari material BHF dan nilai FWHM adalah berbentuk hexagonal dengan nilai parameter cell a=b dan *space group* P 6₃ / mmc. Struktur kristal dari material BHF dapat dilihat pada Tabel 2.

Tabel 3.2 Indeks bidang kristal [hkl] dan nilai FWHM hasil difraksi BHF

| [hkl] | 2θ (°) | Intensitas (count/detik) | FWHM(β _o) (°) |
|-------|--------|--------------------------|---------------------------|
| [110] | 35.4 | 371.5 | 0.1798 |
| [017] | 37.56 | 735.3 | 0.1818 |
| [114] | 39.87 | 810.2 | 0.1726 |

3.2 Hasil Perhitungan Ukuran Kristal

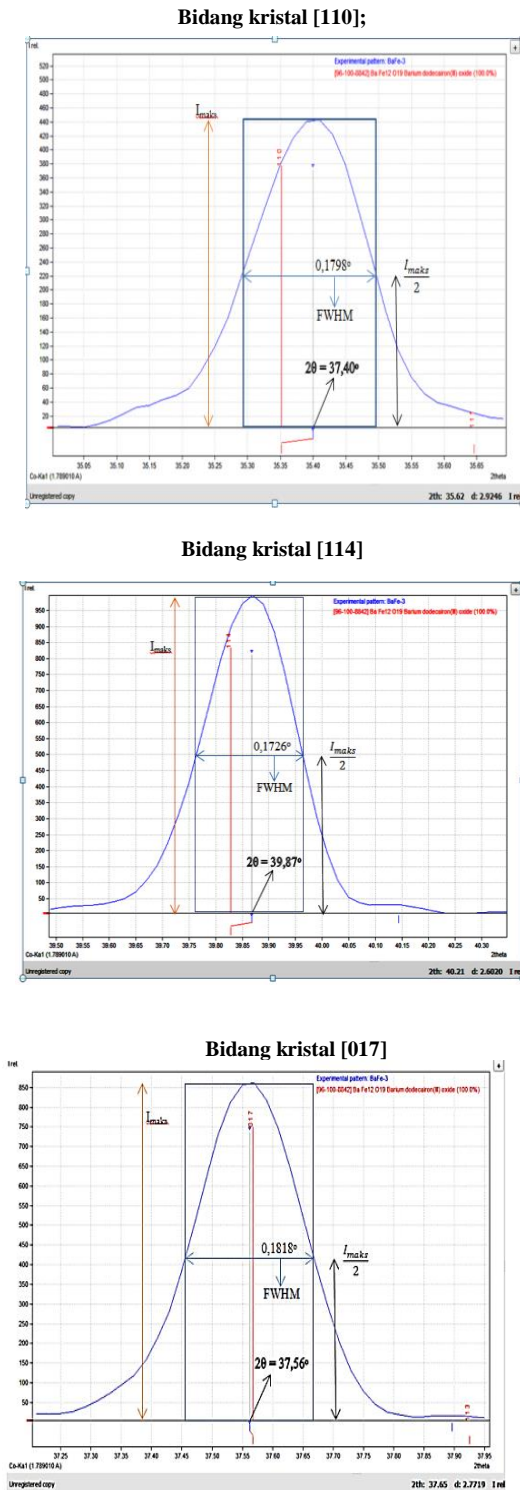
Dari hasil perhitungan data karakterisasi XRD material BHF pada tabel 2. untuk menentukan ukuran kristal material dengan menggunakan persamaan Scherrer pada persamaan (2.1). diperoleh grafik gambar 3.4. untuk puncak-puncak bidang kristal dengan posisi puncak ($2\theta \geq$

30°) dan indeks bidang kristal [hkl] tertentu yang dipilih seperti pada tabel 3.3. Hasil perhitungan besar ukuran kristalit material BHF dengan rumus Scherrer dapat dilihat pada Tabel 3.3.

Tabel 3.3. Hasil perhitungan ukuran kristal pada puncak difraksi BHF.

| No | Bidang [hkl] | Sudut 2θ (°) | K (rad.Å ⁻²) | λ (nm) | FWHM (radian) | Ukuran grain (nm) |
|---------------------------------------|--------------|--------------|--------------------------|--------|----------------|-------------------|
| 1 | [110] | 35,4 | 0,9 | 0,1790 | 0,0031381 0 | 53,887763 03 |
| 2 | [017] | 37,56 | 0,9 | 0,1790 | 0,0031730 0 | 53,627159 01 |
| 3 | [114] | 39,87 | 0,9 | 0,1790 | 0,0030124 3 | 56,887094 31 |
| Rata – rata ukuran kristal BHF | | | | | | 57,63639 |

Dari hasil grafik sampel BHF yaitu pada bidang kristal [110], [017], dan [114]. Hal ini dilakukan untuk melihat pengaruh nilai FWHM pada nilai ukuran kristal dan besar Intensitas sampel BHF. Hasil yang diperoleh untuk ketiga bidang kristal tersebut dapat kita lihat pada gambar 3.5. Dari hasil analisis 3 kurva puncak difraksi tertinggi BHF diatas, terlihat bahwa nilai FWHM berbanding terbalik dengan besar ukuran kristal. Semakin besar FWHM maka nilai ukuran kristal yang terbentuk akan semakin kecil, begitu pula sebaliknya. Hasil perhitungan nilai rata-rata ukuran kristal material BHF yang terbentuk adalah sebesar 57, 63639 nm. Dari hasil penelitian sebelumnya yang dilakukan oleh^[4], mengenai ukuran kristal material serbuk BHF yang disintesis dengan metode *mechanical alloying* selama 30 jam dengan kecepatan 300 rpm dan perlakuan panas dengan suhu 900^o-1000^o menghasilkan nilai rata-rata ukuran kristal material BHF yang terbentuk sebesar 40,5 ± 0,5 nm^{[4][7]}.

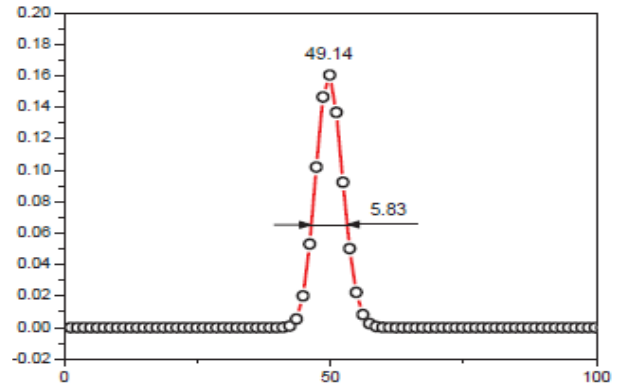


Gambar 3.4 Kurva puncak difraksi BHF bidang [110], [114], dan [117].

3.3 SONIKASI

Gambar 3.4 menunjukkan distribusi ukuran kristal (ukuran kristal) pada partikel nano BHF yang dihasilkan proses sonication selama 5 jam. Terlihat bahwa

ukuran kristal diperoleh dari analisis WPPM (49,79 nm) hampir sama dengan PSA (49,28 nm).



Gambar 3.6 Distribusi hasil analisa wppm dari ukuran partikel (Novizal, Journal of Physics: Conference Series **776** (2016) 012017)

Dari gambar 3.6 diperoleh nilai saturasi 0,27 J[T] dan koresivitas 200 H[kA/m²] remanen 0,15 J[T] sehingga material BHF dikenal sebagai material magnet kuat.

4. KESIMPULAN

Dari hasil pengolahan data karakterisasi XRD Material Barium Hexaferrite (BHF) melalui pendekatan persamaan Scherrer didapat: diperoleh material BHF satu fasa (*single phase*) dan memiliki sifat ferromagnetic yang berbentuk bangunan struktur Kristal Heksagonal dengan parameter kisi $a=b= 5,8920 \text{ \AA}$, $c= 23,1830 \text{ \AA}$, struktur Kristal berbentuk Hexagonal, *space group* P63/mmc dan massa jenis $5,926 \text{ g/cm}^3$. Pendekatan persamaan Scherrer diperoleh nilai rata-rata ukuran kristal yang terbentuk sebesar 57, 63639 nm. Ukuran ini lebih besar dari pada yang diperoleh peneliti terdahulu karena waktu milling yang lebih lama yaitu 30 jam [4][7], dibandingkan yang penulis lakukan yaitu 10 jam. Trend yang didapat dari analisis tiga kurva puncak tertinggi nilai FWHM bertambah besar seiring mengecilnya ukuran kristal. Dan juga terlihat bahwa ukuran Kristal diperoleh dari analisis WPPM (49,79 nm) hampir sama dengan PSA (49,28 nm) pada gambar 3.6 puncak 2

dan lebih kecil dari hasil SEM (~60 nm) pada Gambar 3.5.

5. ACKNOWLEDGEMENTS

Terimakasih kepada lembaga LPPM-Universitas Bhayangkara Raya yang mendukung Riset dan dana dalam proses penelitiannya pada tahun anggaran 2019. Semoga hasil Riset ini dapat di Publikasikan.

6. DAFTAR PUSTAKA

- Ibrahim, G.A., 2016. Analisa Nilai Kekasaran Permukaan Magnesium Yang Difreis Dalam Kondisi Tersuplai Udara Dingin. *JURNAL KAJIAN TEKNIK MESIN*, 1(1), pp.9-15.
- K.S.Martirosyan., et al. 2011. *Barium hexaferrite nanoparticles: Synthesis and magnetic properties*. *Materials Science and Engineering: B*, Volume 176, Pages 8-13
- Masruroh, Algafari B. M, Titus L., Rachmat T. T., 2013, *Penentuan Ukuran Kristal (Crystallite Size) Lapisan Tipis PZT dengan Metode XRD melalui pendekatan persamaan Debye Scherrer*, *Journal of Educational Innovation*, Vol. 1. No. 2.
- Novizal , *Analysis of the magnetic properties nanoscale barium hexaferrite (BHF) prepared by milling and ultrasonic method*. *Journal of Physics: Conference Series* **776** (2016) 012017)
- Nowosielski. R., Babilas, R., Wrona, J. 2007. *Microstructure and Magnetic Properties of Commercial Barium Ferrite Powders*. *Journal of Achievements in Materials and Manufacturing Engineering*, Vol. 20 Issue 1-2, pp. 307-310.
- Perdamean Sebayang, et al. (2016). *Characteristics of B₂O₃ and Fe added into BaFe₁₂O₁₉ permanent magnets prepared at different milling time and sintering temperature*. *AIP Conference Proceedings* 1711, 020004 (2016); 10.1063/1.4941613
- Prijono, K. and Suhadi, A., 2018. Pengaruh Suhu Sintering Terhadap Kekerasan Paduan Mikro Fe-cr Hasil Metode Ultrasonik. *Jurnal Kajian Teknik Mesin*, 3(2), pp.89-97.
- Robert. C. P., 2012, *Hexagonal Ferrites: A Review of The Synthesis, Properties and Applications of Hexaferrite Ceramics*, *Progress in Materials Science*, Vol. 57, pp. 1191-1334
- Sharman, P., et al. 2007. *Structural and Magnetic Studies on Barium Hexaferrites prepared by mechanical alloying and conventional route*. *Journal of Alloys and Compounds*, Vol. 443, pp. 37-42.
- Susilawati, ArisDoyan, and Khalilurrahma, *Synthesis and characterization of barium hexaferrite with manganese (Mn) doping material as anti-radar*. *AIP Conference Proceedings* 1801, 040007 (2017); 10.1063/1.4973096