

PERUBAHAN BUTIR DAN PENENTUAN TEMPERATUR PEMBENTUKAN BARIUM HEXAFERRITE TERSUBSTITUSI ION Mn^{+2} Dan Ti^{+4} MELALUI MEKANISME MEKANIKA MILLING

Priyono¹ dan A. Manaf²

1. Laboratorium Fisika Material, Jurusan Fisika Fakultas Sains dan Matematika Universitas Diponegoro

2. Program Studi Ilmu Material, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Indonesia

Abstract

Ferrite as magnetic material has been exploited for various the application for example as electronic peripherals and optic like hard magnetic also soft magnetic materials. For the application of high frequency usually exploited as circulator, phase shifter and absorber and anti detection material. In research has been done synthesis and characterization of sewer structures nanocrystal barium phase hexaferrite substitution is partial with ion Manganese and Titanium through mechanics engineering alloy. Indicated that monophas formation of Barium Hexaferrite is substitution by Mn^{+2} and Ti^{+4} happened at growth temperature above $750^{\circ}C$. At low relative temperature $500^{\circ}C$ and $750^{\circ}C$, $850^{\circ}C$ and $1000^{\circ}C$ result of plant from mechanics process alloy is not happened formation of phase, but only experiences recrystallization to return followed with magnification growth of grain its. Above heating $750^{\circ}C$ plant grain desisted and happened orthogonal transformation of off the cuff phase towards formation of barium hexaferrite substitution by Mn^{+2} and Ti^{+4} ions. In research is not found existence of intermediate phase during formation of the phase

Keywords: recrystalization, high frequency, intermediate phase, ferrites

Abstrak

Ferrite sebagai material magnetik telah dimanfaatkan untuk berbagai aplikasi antara lain sebagai perangkat elektronik dan optik seperti magnet permanen maupun tak permanen. Untuk aplikasi frekuensi tinggi biasanya dimanfaatkan sebagai sirkulator, phase shifter dan absorber serta material anti deteksi. Dalam penelitian telah dilakukan sintesis dan karakterisasi struktur nanokristal fasa barium hexaferrite yang disubstitusi parsial dengan ion Mangan dan Titanium melalui teknik mekanika alloy. Ditunjukkan bahwa pembentukan fasa tunggal Barium Hexaferrite tersubstitusi ion Mn^{+2} dan ion Ti^{+4} terjadi pada temperature pertumbuhan di atas $750^{\circ}C$. Pada temperatur relatif rendah $500^{\circ}C$, $750^{\circ}C$, $850^{\circ}C$ dan $1000^{\circ}C$ hasil penumbuhan dari proses mekanika alloy tidak terjadi pembentukan fasa, tetapi hanya mengalami rekristalisasi kembali yang diikuti dengan pertumbuhan perbesaran butir fasa penyusunnya. Pemanasan di atas $750^{\circ}C$ penumbuhan butir terhenti dan terjadi transformasi fasa spontan ke arah pembentukan barium hexaferrite yang tersubstitusi oleh ion Mn^{+2} dan ion Ti^{+4} . Dalam penelitian tidak ditemukan adanya fasa intermediate selama pembentukan fasa tersebut

Kata Kunci: recrystalization, frekuensi tinggi, intermediate phase, ferrites

Pendahuluan

Ferrite adalah salah satu material magnetik yang masih diteliti baik sebagai material magnet permanen maupun magnet tidak permanen,

terutama seiring dengan perkembangan pada bidang *nanoscience and technology*, eksplorasi terhadap material berbasis *ferrite* makin intensif. Jenis material ini disintesis pertama kali oleh

Philips pada tahun 1952 [1] memiliki fasa $\text{MeO} \cdot 6\text{Fe}_2\text{O}_3$ (Me= Ba, Sr, Pb, dll). Untuk Me=Ba, dikenal sebagai Barium Hexaferrite yang mendominasi aplikasi magnet permanen sampai abad kedua puluh. Material magnet permanen berbasis ferrite memiliki beberapa kelebihan antara lain konstanta anisotropi magnetokristalin yang tinggi dan magnetisasi total yang relatif besar. Kelebihan lain adalah memiliki stabilitas perubahan medan yang relatif rendah terhadap waktu, temperatur, medan demagnetisasi serta memiliki kestabilan kimia dan korosi yang tinggi. Harga yang relatif murah serta bahan dasar berbasis oksida besi menjadikan material ferrite sebagai material ideal untuk berbagai aplikasi [2]. Salah satu teknologi proses untuk menghasilkan material dengan ukuran butir berskala nanometer (*nanocrystalline*) adalah proses *Mechanical Alloying* [3]. Pembentukan alloy dilakukan secara mekanik terhadap senyawa senyawa penyusun untuk menghasilkan embriyo fasa sistem alloy. Pembentukan fasa sistem material diperoleh setelah *solid state reaction* yang terjadi melalui pemanasan temperatur 400-500 °C. Pada material sistem fasa magnetik, ukuran butir dalam orde nanometer diperlihatkan terjadi *grain exchange interaction* yang membawa peningkatan nilai magnetisasi remanen dan menurunkan nilai koersifitas magnet permanen. Nilai magnetisasi yang tinggi serta koersifitas yang rendah merupakan dua sifat yang diperlukan disamping nilai resistivity yang tinggi dari material magnetik untuk aplikasi frekuensi tinggi [4]. Barium hexaferrite yang secara luas digunakan pada bidang magnet permanen terdiri dari bahan dasar oksida, memiliki resistivity tinggi diteliti sebagai material untuk aplikasi penyerapan gelombang elektromagnetik. Pada makalah ini disampaikan beberapa hasil sintesis dan karakterisasi Barium hexaferrite yang dipersiapkan melalui

proses alloy mekanik terutama terkait dengan pembentukan fasa magnetik dengan ukuran berskala nanometer.

Metode Penelitian

Material berbasis barium hexaferrite tersubstitusi dipersiapkan melalui dua tahapan proses alloy mekanik (*mechanical alloying*). Tahapan awal mencampurkan serbuk Fe_2O_3 , MnCO_3 dan TiO_2 kemurnian 99% berbagai komposisi menggunakan perangkat mixer MM-200 selama delapan jam. Serbuk campuran dipadatkan dalam cetakan yang ditekan dengan gaya 5 ton serta pemadatan lanjut melalui sintering pada temperatur 1300⁰ C selama 4 jam. Tahapan ini menghasilkan padatan terdiri dari senyawa oksida $(\text{Fe}, \text{Mn}, \text{Ti})_2\text{O}_3$ sebagaimana dibicarakan terdahulu [5]. Tahapan kedua adalah pembentukan barium hexaferrite tersubstitusi dengan mencampurkan serbuk hasil tahapan awal dengan serbuk BaCO_3 dan dihaluskan selama 60 jam melalui perangkat *high energy vibration ball mill*, dilanjutkan reaksi pemaduan padat pada temperature 500⁰ C hingga 1000⁰ C selama satu jam. Ukuran butir rata rata material dievaluasi dengan metoda *Scherrer* khususnya pada sudut puncak difraksi 37⁰-43⁰ menggunakan *scanning step* 0.005⁰.

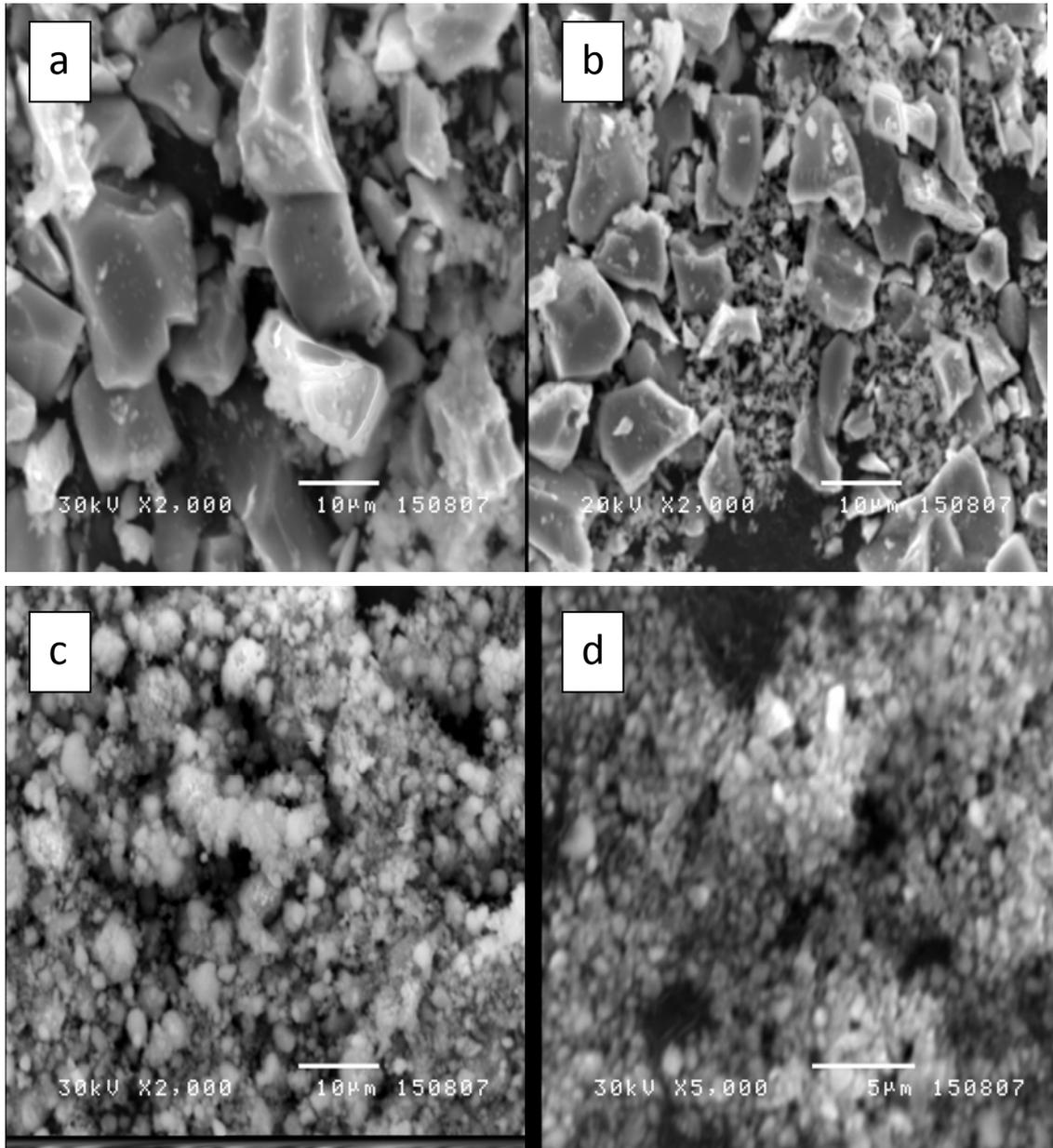
Hasil Dan Pembahasan

Distribusi ukuran partikel selama proses mekanika alloying

Hasil uji butir yang ditunjukkan dalam gambar 1 memperlihatkan distribusi ukuran butir yang cukup heterogen yang dimungkinkan terjadi karena perbedaan ukuran butir antara fasa BaCO_3 dan fasa $\text{Fe}_{2-(x+y)}\text{Mn}_x\text{Ti}_y\text{O}_3$ cukup besar. Fasa Barium karbonat memiliki ukuran butir yang relative lebih besar dan keuletan yang lebih tinggi dibandingkan dengan ferrite. Adanya perbedaan keuletan dan ukuran butir akan berakibat pada

homogenitas ukuran setelah dilakukan penghalusan. Akibat dari dua faktor tersebut yang berbeda. Penghalusan yang berlangsung hingga 5 jam masih terbentuk dua pola distribusi ukuran butir yaitu antara satu hingga 10 mikron

dan pola kedua antara 15 hingga 40 mikron (gambar 1.a). Pergeseran pola ke arah dua puncak distribusi terlihat semakin jelas pada penghalusan 10 jam dan 20 jam.



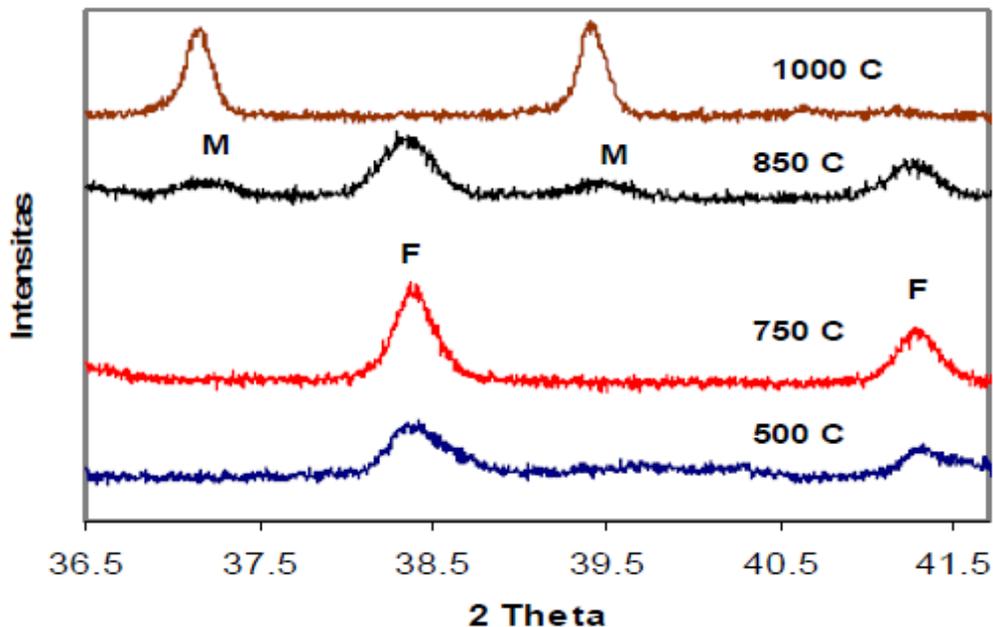
Gambar 1. Hasil uji butir material magnet fasa $\text{BaCO}_3 + \text{Fe}_{1.5}\text{Mn}_{0.25}\text{Ti}_{0.25}\text{O}_3$ dengan waktu milling a) 5 jam b)10 jam c) 20 jam dan d) 60 jam menggunakan perangkat planetary ballmill

Pada proses mekanika alloy yang berlangsung 10 jam (gambar 1.b) ukuran butir telah bergeser ke arah antara 2 mikron hingga 10 mikron, meskipun demikian fraksi butir dengan ukuran 20 mikron hingga 60 mikron masih terlihat dengan fraksi area semakin rendah. Penghalusan butir selama 20 jam (gambar 1.c) menghasilkan degradasi pengurangan ukuran butir cukup besar dan terdistribusi pada 400 nm hingga 2 mikrometer dengan standar deviasi yang sangat kecil. Keterbatasan kemampuan alat uji butir (partikel analyzer) tidak dapat menjangkau lagi untuk menganalisa penghalusan butir selama 40 jam dan 60 jam. Dengan bantuan alat deteksi SEM (gambar 1.d) mampu menunjukkan visualisasi ukuran dan distribusi kualitatif secara sempurna. Ketidak seragaman ukuran butir selama proses Mekanika alloy disebabkan oleh distribusi volume butir yang lebih halus sebanding dengan ukuran yang lebih kasar.

Akibatnya butir dengan ukuran lebih kasar mampu menyusup dan bersembunyi ke dalam kelompok butiran yang lebih halus. Dengan proses tersebut sulit terjadi interaksi antara bola milling dengan partikel yang lebih kasar sehingga menyebabkan heterogenitas butiran.

Pembentukan fasa $\text{BaFe}_{12-(x+y)}\text{Mn}_x\text{Ti}_y\text{O}_{19}$

Proses mekanika alloy yang dilanjutkan dengan pemaduan padat pada temperatur 500°C dan 750°C hanya memperlihatkan terjadinya rekristalisasi kembali fasa Fe_2O_3 yang disubstitusi oleh ion Mn^{+2} dan ion Ti^{+2} hasil proses sebelumnya tanpa diikuti oleh pembentukan fasa baru. Peristiwa rekristalisasi ditandai oleh adanya penumbuhan kembali ukuran butir dan semakin tingginya intensitas difraksi pada bidang (104) dan (110).



Gambar 2 Pola difraksi pembentukan fasa $\text{BaFe}_9\text{Mn}_{1.5}\text{Ti}_9\text{O}_{19}$ dengan perbagai temperatur (M adalah puncak-puncak difraksi fasa $\text{BaFe}_{12}\text{O}_{19}$ dan F fasa Fe_2O_3)

Pembentukan fasa $BaFe_{12-x-y}Mn_xTi_yO_{19}$ dimulai pada temperatur 850^0 C (Gambar 2) yang ditandai oleh terbentuknya bidang kristal pada sudut $3K! >! 37.255$ dan 39.560 yang merupakan bidang (107) dan (114) kristal Barium hexaferrite tersubstitusi oleh ion Mn^{+2} dan Ti^{+4} . Pembentukan fasa baru $BaFe_{12-2x}M(nTi)_xO_{19}$ pada temperatur tersebut tidak diikuti oleh penumbuhan Kristal $(Fe,MnTi)_2O_3$ dan reaksi berlangsung secara spontan tanpa diikuti oleh pembentukan fasa intermediate. Perubahan ukuran butir kristal Fasa paduan $BaFe_{12-2x}M(nTi)_xO_{19}$ akibat proses Mekanika milling dan menjalani pemanasan 500^0 C sampai dengan 1000^0 C selama satu jam. Pemaduan pada pada temperatur di atas 850^0 C mampu membentuk fasa tunggal $BaFe_{12-2x}M(nTi)_xO_{19}$ tetapi memberi pengaruh pada peningkatan ukuran butir. Hal ini terbukti dengan pemanasan 1000^0 C selama satu jam mampu meningkatkan ukuran butir lima kali lebih besar.

Kesimpulan

Pembentukan fasa tunggal Barium Hexaferrite tersubstitusi ion Mn dan ion Ti terjadi pada temperature pertumbuhan di atas 750^0 C dan pada temperatur penumbuhan yang lebih rendah tidak terjadi pembentukan fasa, tetapi hanya mengalami rekristalisasi kembali yang diikuti dengan pertumbuhan perbesaran butir fasa penyusunnya. Selama pembentukan fasa barium hexaferrite yang tersubstitusi oleh ion Mn^{+2} dan ion Ti^{+4} melalui mekanisme mekanika alloy terjadi transformasi secara spontan tanpa melalui mekanisme pembentukan fasa intermediate terlebih dahulu.

Daftar Pustaka

- [1]. Smit, J., H.P. J. Wijn, 1952. Physical Properties of Ferrimagnetic Oxides in Relation Their Technical Application, Phillips Res. Lab. Endoven
- [2]. Sudakkar, C., G.N. Subbanna, T R N. Kutty, 2003, Nanoparticle Composite having Structural intergrowths of Hexaferrite and Spinel Ferrite Prepared by Gel-to-Crystallite Conversions and Their Magnet Properties, J. Magn. Magn. Materials, 263, 253-268
- [3]. Ding, J., W.F. Miao, P.G. McCormick, R. Street. 1998. High-Coercivity ferrite magnet prepared by mechanical alloying. J. of alloys and Compounds, 281,32-36
- [4]. Zhang, L., 2006. Ferrite for UHF Application. Dept. of Matt. And Engineering. Literature review, The Ohio State University, Group Inorganic material Sciences, USA, p1-19
- [5]. Priyono, Manaf. A., 2007. Substitusi Mn dan Ti Pada Struktur Fasa Fe_2O_3 Melalui Teknik *Mechanical Alloying*, Kembangan physics forum2007

