

Sintesis dan Karakterisasi Bahan Magnet Barium Heksaferit ($\text{BaFe}_{12}\text{O}_{19}$) Menggunakan Bahan Dasar Barium Karbonat (BaCO_3) dan Pasir Besi dari Daerah Pesisir Selatan Pandeglang-Banten

M Arif Muhajir dan Dwi Asmi

Jurusan Fisika Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Lampung
Jl.Prof Dr. Sumantri Brojonegoro No.1 Bandar Lampung 35145
E-mail :mochajir@gmail.com, asmid@unila.ac.id

Diterima (12 Agustus 2014), direvisi (27 September 2014)

Abstrak. Telah dilakukan sintesis dan karakterisasi bahan magnet barium heksaferit ($\text{BaFe}_{12}\text{O}_{19}$) menggunakan bahan dasar barium karbonat (BaCO_3) dan pasir besi alam dari daerah pesisir selatan Pandeglang-Banten menggunakan metode teknologi serbuk. Pasir besi diekstraksi secara manual dan menggunakan metode oksidasi hidrotermal. Hasil karakterisasi menggunakan SEM-EDX menunjukkan kemurnian ferit sebesar 92,15%. Bahan magnet disintesis dengan komposisi BaCO_3 17,027 % dan Fe_2O_3 82,973 % dan dilakukan penghalusan menggunakan *ball milling* selama 10 jam. Hasil analisis termal menggunakan DTA menunjukkan temperatur optimal untuk bahan magnet yaitu 1200°C . Bahan magnet di sintering pada temperatur 900, 1000, 1100 dan 1200°C (kode sampel X-900, X-1000, X-1100 dan X-1200). Hasil karakterisasi XRD sampel X-900 didominasi oleh fasa *hematite* (Fe_2O_3), sampel X-1000 didominasi oleh fasa *barium iron oxide* (Ba_2FeO_4), sampel X-1100 didominasi oleh fasa *barium iron oxide* atau barium heksaferit ($\text{BaFe}_{12}\text{O}_{19}$) dan sampel X-1200 didominasi oleh fasa *pseudobrookite* (Fe_2TiO_5). Kurva histerisis bahan magnetik menggunakan teknik VSM menunjukkan sifat magnetik bahan sampel X-1200 memiliki saturasi magnetik (M_s) 23,60 *emu/gr*, remanensi magnetik (M_r) sebesar 5,6066 *amu/gr* dan koersivitas (H_c) sebesar 204 Gauss.

Kata kunci. Pasir besi alam, barium heksaferit, EDX, DTA, XRD, VSM.

PENDAHULUAN

Riset pengolahan pasir besi di Indonesia saat ini telah banyak dilakukan, bahkan karakteristik dari pasir besi sudah diketahui, namun penelitian ini masih terus dilakukan guna memanfaatkan deposit pasir besi yang melimpah di Indonesia. Besi dan baja adalah produk yang banyak dihasilkan dari pengolahan pasir besi, tetapi jika diproduksi menjadi magnet, tentunya akan memiliki nilai ekonomi yang jauh lebih tinggi.

Umumnya, pasir besi yang ditemukan di alam mengandung ferit sebesar 58,39 – 60,23% berupa hematit ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$) dan

maghemit ($\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$) meskipun komposisi kimia kedua bahan tersebut sama namun fasa keduanya berbeda. Maghemit berfasa kubus dan hematit berfasa heksagonal. Para peneliti lazimnya menggunakan hematit sebagai bahan dasar proses sintesis serbuk magnet. Maghemit dapat diperoleh dengan proses oksidasi pasir besi pada temperatur 300°C , sedangkan hematit dapat diperoleh dengan temperatur $700\text{--}800^\circ\text{C}$ (Yulianto, 2007). Selain maghemit dan hematit, ferit juga dapat ditemukan berupa magnetit (Fe_3O_4) (Dunlop, 1997). Barium ferit mendapat prioritas besar dalam penelitian bahan magnet karena bahan ini dapat dibuat

menjadi magnet permanen (*hard magnet*) yang memiliki sifat kemagnetan bahan yang baik dan banyak diaplikasikan dalam berbagai kebutuhan, selain itu bahan magnet barium ferit dinilai lebih ekonomis dan mudah dibuat. Berbagai metode digunakan dalam pembuatan magnet barium ferit untuk menghasilkan magnet yang lebih baik, misalnya *microemulsion* (Wang, 2008), kopresipitasi (Jacobo, 1997), kristalisasi (Muller, 1999), sol-gel (Huang, 2003), sintesis hidrotermal (Wang, 1999), oksidasi asam nitrat dan pemanasan amonium nitrat (Sozeri, 2009).

Berdasarkan latar belakang tersebut, akan dilakukan sintesis dan karakterisasi bahan magnet barium heksaferit ($\text{BaO} \cdot 6\text{Fe}_2\text{O}_3$) menggunakan bahan dasar barium karbonat (BaCO_3) dan pasir besi alam yang diperoleh dari daerah pesisir selatan Pandeglang – Banten. Secara garis besar, penelitian ini dibagi dalam 2 tahap, yaitu ekstraksi pasir besi yang akan dilakukan dengan metode *hydrothermal oxydation* dan sintesis bahan magnet barium heksaferit menggunakan teknik metalurgi serbuk dengan harapan sifat magnet yang akan dihasilkan merupakan magnet permanen.

METODE PENELITIAN

Langkah pertama yang dilakukan yaitu mengekstraksi pasir besi alam yang dilakukan secara manual dan metode hidrotermal dan oksidasi. Ekstraksi manual dilakukan menggunakan ayakan 120 mesh dan magnet permanen 6kG, sedangkan ekstraksi hidrotermal dilakukan dengan cara melarutkan pasir besi kedalam HNO_3 40% dan dipanaskan pada temperatur 120°C hingga larutan mengering. Endapan dicuci dengan aquades untuk menghilangkan sisa pelarut dan bahan yang dihasilkan memiliki

pH normal. Hasil yang berupa serbuk dikalsinasi pada temperatur 800°C selama 10 jam, agar terjadi proses oksidasi maka kalsinasi tidak dibuat vacuum.

Pasir besi yang telah diekstraksi akan dikarakterisasi menggunakan EDX untuk mengetahui kemurnian ferit yang dihasilkan.

Sintesis bahan magnet dilakukan menggunakan metode teknologi serbuk yang meliputi penghalusan dan pemanasan dimana perbandingan prosentase massa komposisi bahan berdasarkan stoikiometri yaitu barium karbonat 17,027 % dan ferit 82,973 %. Kedua bahan tersebut dicampur dan ditambahkan alkohol dengan konsentrasi 70% dan dimilling selama 10 jam agar butiran menjadi lebih kecil dan memiliki homogenitas yang tinggi.

Untuk mendapatkan temperatur sintering yang optimal maka bahan magnet dikarakterisasi menggunakan teknik DTA dan untuk mengetahui pola fasa yang terbentuk dilakukan karakterisasi menggunakan teknik XRD serta sifat magnetik bahan yang dikarakterisasi menggunakan teknik VSM.

HASIL DAN PEMBAHASAN

EKSTRAKSI PASIR BESI

Hasil ekstraksi (konsentrat) yang diperoleh setelah pengayakan menggunakan ayakan 120 mesh berkisar antara 40-50 % dari berat awal. Sedangkan prosentase magnetik atau *magnetic domain* (MD) yang diperoleh setelah ekstraksi magnetik dengan magnet permanen 6 kG berkisar antara 70-80 % dari berat awal. Proses ekstraksi dilanjutkan dengan metode hidrotermal dan oksidasi. Hasil ekstraksi dapat dilihat pada **Gambar 1**.

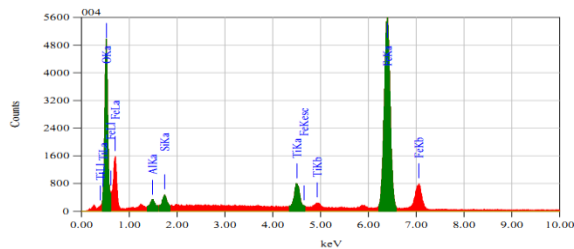


Gambar 1. Ferit hasil ekstraksi

Gambar 1 merupakan pasir besi hasil ekstraksi menggunakan metode kimia secara hidrotermal dan oksidasi berwarna hitam kemerahan mendekati hematit komersial berwarna merah bata dan tidak terlihat adanya pengotor.

KARAKTERISASI MENGUNAKAN SEM-EDX

Hasil karakterisasi pasir besi menggunakan EDX dapat dilihat pada **Gambar 2** dan **Tabel 1**.



Gambar 2. Spektrum hasil karakterisasi pasir besi menggunakan EDX

Berdasarkan informasi pada **Tabel 1**, jenis unsur dan prosentase massa unsur yang terkandung pada bahan material pasir besi alam setelah diekstraksi yaitu O

Tabel 1. Kandungan unsur pasir besi hasil ekstraksi.

Element	KeV	Mass%	Error%	Atom	K
O	0.525	29.67	0.06	58.69	34.7054
Al	1.489	0.82	0.08	0.97	0.3635
Si	1.739	1.04	0.07	1.17	0.6042
Ti	4.508	3.96	0.08	2.62	3.8840
Fe	6.398	64.51	0.16	36.56	60.4428
Total		100		100	

Tabel 2. Prosentase senyawa yang terdapat pada bahan material pasir besi.

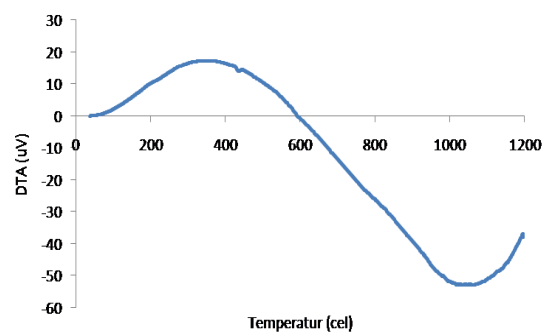
No	Senyawa	Massa (%)
1	Al_2O_3	1,55
2	SiO_2	2,26
3	TiO_2	6,6
4	Fe_2O_3	92,15

sebanyak 29,67 %, Al 0,82 %, Si 1,04 %, Ti 3,96 % dan Fe 64,51 %. Unsur-unsur pada material pasir besi membentuk senyawa-senyawa oksida, yaitu Al_2O_3 , SiO_2 , TiO_2 dan Fe_2O_3 . Prosentase massa unsur dapat dihitung untuk mendapatkan prosentase massa senyawa oksida. Massa senyawa tersebut dapat dilihat pada **Tabel 2**.

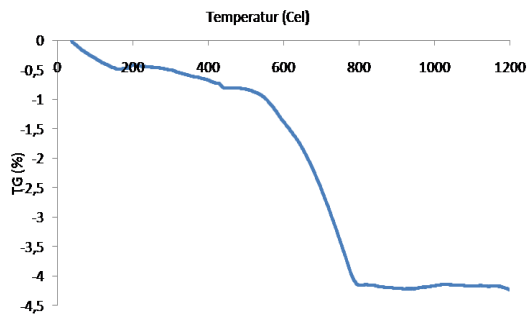
Senyawa ferit (Fe_2O_3) hasil ekstraksi pasir besi menggunakan metode hidrotermal dan oksidasi memiliki kemurnian sebesar 92,15%. Kemurnian ferit dalam pasir besi mengalami kenaikan yang signifikan dimana material pasir besi yang ditemukan di alam memiliki kemurnian antara 58,39 – 60,23% (Yulianto, 2007).

KARAKTERISASI TERMAL MENGUNAKAN DTA / TG

Karakterisasi DTA/TG dilakukan hingga temperatur 1200°C dengan kelajuan sebesar $10^\circ\text{C}/\text{menit}$ dan mengalirkan gas nitrogen sebanyak 200 ml/menit. Hasil karakterisasi dapat dilihat pada **Gambar 3**.



(a)



(b)

Gambar 3. (a) kurva DTA, (b) kurva TG

Pada **Gambar 3(a)**, kurva DTA menunjukkan adanya 2 puncak eksotermis (sampel menerima kalor) yaitu pada temperatur 335°C dan 1200°C serta 2 puncak endotermis (sampel melepas kalor) pada temperatur 434°C dan 1064°C . Dalam kurva tersebut tidak terdapat puncak endotermis yang berkaitan dengan penghilangan air (dehidrasi), hal tersebut sesuai dengan kurva TGA yang tidak menggambarkan kehilangan massa yang signifikan di awal pemanasan.

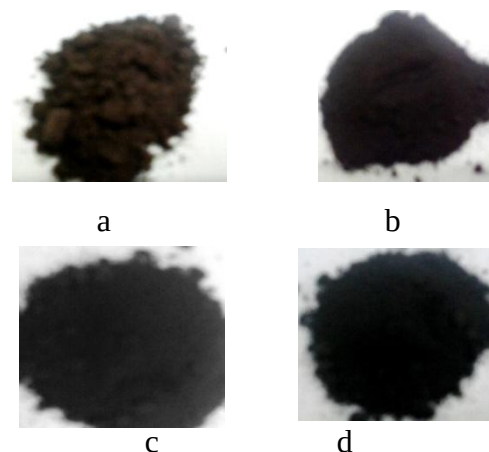
Puncak eksotermis pada temperatur 335°C dimana sampel menerima kalor tanpa adanya perubahan fasa pada material sampel, hal ini ditunjukkan pada kurva TG dimana massa sampel tidak mengalami penyusutan massa yang signifikan. Puncak endotermis pada temperatur 434°C dapat diidentifikasi sebagai proses perubahan fasa pada barium karbonat, dimana CO_2 mulai mengalami pelepasan (menguap). Hal ini dapat dilihat pada grafik TG yang menunjukkan sampel mulai kehilangan massa sebesar $-0,742\%$ pada temperatur 434°C dan terus mengalami penyusutan massa hingga -4.033% pada temperatur 801°C dimana BaCO_3 sepenuhnya mengalami transformasi fasa menjadi BaO .

Adapun puncak endotermik pada temperatur 1064°C memberikan informasi

adanya perubahan fasa pada kedua bahan material sampel (Fe_2O_3 dan BaO) mulai mengalami transformasi fasa membentuk senyawa barium ferit ($\text{BaO} \cdot \text{Fe}_2\text{O}_3$) dan akan terus mengalami transformasi fasa seiring kenaikan temperatur hingga pada temperatur 1200°C yang merupakan puncak eksotermis dimana fasa material sampel telah menjadi barium heksaferit.

SINTESIS BAHAN MAGNET BARIUM HEKSAFERIT

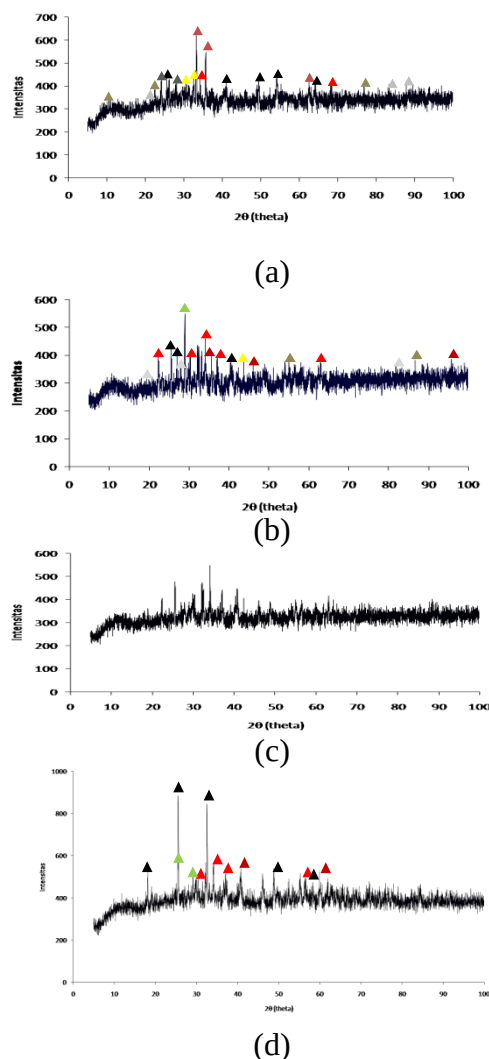
Berdasarkan informasi hasil uji termal yang telah dilakukan menggunakan teknik DTA, maka bahan magnet disintering dengan kelajuan temperatur sebesar $10^\circ\text{C}/\text{menit}$ dan penahanan waktu selama 120 menit pada temperatur 900°C , 1000°C , 1100°C dan 1200°C dan dilakukan pengkodean terhadap masing-masing sampel yaitu X-900, X-1000, X-1100 dan X-1200. Hasil sintering bahan magnet barium heksaferit yang telah disintering memiliki perubahan warna dari hitam kemerahan menjadi hitam seiring dengan kenaikan temperatur. Hasil sintering dapat dilihat pada **Gambar 4**.



Gambar 4. Bahan magnet sampel (a) X-900, (b) X-1000, (c) X-1100 dan (d) X-1200.

KARAKTERISASI MENGGUNAKAN X-RAY DIFFRACTION (XRD)

Karakterisasi *x-ray diffraction* (XRD) menggunakan merk *Philip PW 1710* terdapat di Pusat Laboratorium Terpadu UIN Jakarta. Pengukuran dilakukan dengan rentang sudut difraksi (2θ) sebesar 5° - 100° dan step 0.02° . Sedangkan target yang digunakan yaitu $\text{Cu-K}\alpha$ dengan λ sebesar 1.54 angstrom dan tegangan sebesar 30 kV. Hasil karakterisasi XRD dapat dilihat pada **Gambar 5**.



Gambar 5. Pola difraksi sinar-X sampel X-900 (a), X-1000 (b), X-1100(c) dan X-1200 (d).

Pada **gambar 5** dapat diketahui bahwa sampel X-900 didominasi oleh *hematit* (Fe_2O_3) pada sudut $2\theta = 33.18^\circ$ dan fasa *barium iron oxide* (BaFe_2O_4) pada sudut $2\theta = 33.08^\circ$ dengan intensitas sebesar 620 dan 466. Pada temperatur ini bahan magnet barium heksaferit ($\text{BaFe}_{12}\text{O}_{19}$) sudah terbentuk namun intensitasnya masih kecil yaitu 434 dan pengotor berupa Al_2O_3 dan CO_2 pada barium karbonat telah menguap pada temperatur dibawah 900°C .

Pada sampel X-1000 puncak intensitas didominasi oleh fasa baru yaitu *barium iron oxide* (Ba_2FeO_4) dengan intensitas 548. di sudut $2\theta = 29.00^\circ$. Fasa hematit sudah mulai mengalami penurunan dan fasa barium heksaferit ($\text{BaFe}_{12}\text{O}_{19}$) menunjukkan kenaikan dengan intensitas 446 di sudut $2\theta = 34.14^\circ$.

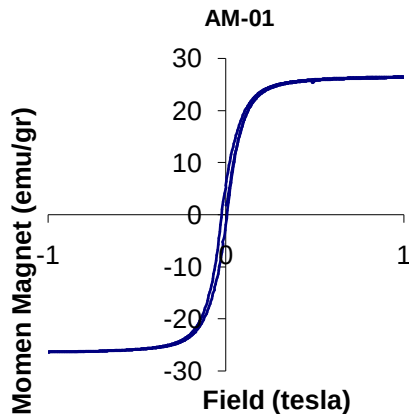
Pada sampel X-1100 menunjukkan fasa barium heksaferit ($\text{BaFe}_{12}\text{O}_{19}$) mengalami kenaikan yang signifikan dan mendominasi dengan intensitas 548 di sudut $2\theta = 34.16^\circ$. Fasa yang hilang pada temperatur ini yaitu *coesite* (SiO_2) dan *anatase* (TiO_2). Adapun fasa baru yang terbentuk yaitu *ilmenit* (FeTiO_3) dengan intensitas 354.

Sampel X-1200 menyisakan 4 fasa yang terbentuk dan didominasi oleh fasa *pseudobrookite* (Fe_2TiO_5) dengan puncak intensitas 884 di sudut $2\theta = 25.56^\circ$. Adapun fasa barium heksaferit ($\text{BaFe}_{12}\text{O}_{19}$) mengalami penurunan dengan intensitas 528 di sudut $2\theta = 37.10^\circ$.

KARAKTERISASI SIFAT MAGNETIK MENGGUNAKAN VIBRATING SAMPLE MAGNETOMETER (VSM)

Karakterisasi sifat magnetik menggunakan VSM *MERKoxford 1,2* Hyang bekerja menggunakan metode induksi dengan *tesla* (T) sebagai satuan magnetisasi dan *emu/gr* sebagai satuan momen magnet. Pengukuran dilakukan dengan rentang pengaruh magnet luar (H)

sebesar 1 sampai -1 T serta kecepatan pertambahan dan



Gambar 6. Kurva histerisis Bahan Magnet $\text{BaFe}_{12}\text{O}_{19}$.

pengurangan medan magnet luar diatur 0,01 Tesla per-menit. Output dari VSM berupa kurva histerisis yang memberikan tiga informasi penting sifat magnetik, yaitu saturasi (M_s), remanensi (M_r) dan koersifitas (H_c). Pengukuran dilakukan terhadap bahan magnet barium heksaferit sampel X-1200 yang telah disintering pada temperatur 1200 °C. Hasil karakterisasi berupa kurva histerisis dapat dilihat pada **gambar 6**.

Pada gambar 24 dapat diketahui besarnya nilai saturasi (M_s) bahan magnet sampel X-1200 yaitu 23,60 *emu/gr* yang membutuhkan medan magnet (H) sebesar 0.2081 T atau 2081 *gauss*. Pada kondisi ini, domain sampel X-1200 sudah searah atau terpolarisasi sepenuhnya secara magnetik sebagai akibat pengaruh dari medan magnetik luar (medan aplikasi).

Sedangkan besarnya remanensi (M_r) atau besarnya medan magnet yang ada pada bahan ketika tidak ada pengaruh dari medan magnet luar ($H=0$) yaitu sebesar 5,6066 *emu/gr*. Adapun koersivitas (H_c) yaitu besarnya medan magnet luar (H) yang dibutuhkan untuk menghilangkan medan

magnet dalam bahan magnet sampel X-1200 yaitu sebesar 0.0204 T atau 204 *gauss*.

Sifat magnetik yang diperoleh masih tergolong kecil hal ini disebabkan oleh kemurnian bahan dasar yang digunakan (hasil karakterisasi EDX), dimana kemurnian ferit hasil ekstraksi dari pasir besi alam yaitu sebesar 92 %. Adanya pengotor berupa SiO_2 dan TiO_2 akan mempengaruhi sifat kemagnetan karena pengotor akan bereaksi pada proses sintering (hasil XRD sampel X-1200). R.C O'Handley dalam bukunya *modern magnetic materials principles and applications* mengatakan bahan magnet dengan kemurnian bahan tinggi (fasa tunggal) cenderung lebih tinggi dibandingkan magnet dengan fasa campuran. Tidak hanya itu, waktu milling 10 jam dirasa tidak cukup untuk mendapatkan serbuk yang relatif kecil (orde nano), yang akan berdampak pada sifat kemagnetan, dimana semakin kecil ukuran butirannya maka sifat kemagnetannya akan semakin baik (Idayanti, 2002).

KESIMPULAN DAN SARAN

Dari hasil penelitian yang telah dilakukan, dapat disimpulkan bahwa prosentase kemurnian ferit ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$) hasil ekstraksi yaitu 92,15 % dan temperatur optimal yang dibutuhkan untuk sintering bahan magnet barium heksaferit yaitu 1200°C. Hasil karakterisasi menggunakan XRD menunjukkan barium heksaferit terbentuk mulai temperatur 900 °C namun fasa tertinggi berada pada temperatur 1100 °C dan uji sifat magnetik menggunakan VSM menunjukkan bahwa bahan magnet barium heksaferit sampel X-1200 memiliki saturasi (M_s) sebesar 23.60 *emu/gr*, remanensi (M_r) sebesar 5.6066 *emu/gr* serta koersivitas (H_c) sebesar 204 Gauss. Adapun saran untuk penelitian selanjutnya

yaitu menggunakan pelarut asam yang tepat untuk mendapatkan kemurnian yang tinggi serta dilakukan penggilingan diatas 10 jam.

UCAPAN TERIMA KASIH

Dengan ini saya ucapkan terimakasih kepada Ibu Dwi Asmi yang telah memberikan bimbingan kepada penulis, Bpk priyambodo selaku teknisi Lab PLT UIN Jakarta, Bpk Wagiyo selaku teknisi Lab PTBIN BATAN Serpong serta staff Lab Fisika Material Unila, semoga tulisan ini dapat bermanfaat bagi kita semua.

DAFTAR PUSTAKA

- Barsoum. (1997). *Nano Porous Materials*. McGrawHill.PublishingCompany, Inc. New York.
- Bhadeshia. (1997). *Thermal Analysis Techniques*. Materials Science & Metallurgy. Cambridge University Press.
- Billah, A. (2006). *Pembuatan dan Karakterisasi Magnet Stronsium Ferit dengan Bahan Dasar Pasir Besi*. Jurusan Fisika FMIPA Universitas Negeri Semarang: Semarang.
- Cullity, B.D. (1972). *Introduction toMagnetic Material*. Addison-Wesley. Publishing Company, Inc. USA. Page 20-40.
- Dunlop, D.J. and O, Ozdemir. (1997).*Rock Magnetism: Fundamental and Frontiers*.Cambridge University Press. Vol 135. Page278-300.
- Fernandes. (2011). *Makalah Sintesis Nano Partikel*. Program Studi Kimia Pasca Sarjana Universitas Andalas: Sumatra Barat.
- Grega, K.J, Medved.and M, Primoz. (2009). *Differential Thermal Analysis (DTA) and Differential Scanning Calorimetry (DSC) as a Method of Material Investigation*. RMZ – Materials and Geoenvironment.Vol. 57.No 1. Page 127–142.
- Haliday and Resnick.(1983). *Listrik Magnet dan Termofisika:Fisika jilid 1* terjemahan. Penerbit Inistut Teknologi Bandung: Bandung.
- Idayanti. dan Dedi. (2002). Pembuatan Magnet Permanen Ferit untuk FlowMeter, *Jurnal Fisika HFI*. Vol A5. No 0528.Page 1-4.
- Kurnia. (2010). *Sintesis dan Karakterisasi Partikel Nano Fe₃O₄ yang Berasal dari Pasir Besi dan Fe₃O₄ Bahan Komersial (Aldrich)*. Jurusan Fisika Inisitut Teknologi Sepuluh November: Surabaya.
- Mashuri. N, Masruroh. A, Malik. E, Yahya. Triwikantoro. dan Darminto. (2007). Transformasi fasa pada nanokomposit Fe₃O₄-Fe₂O₃. *Jurnal Sains Material Indonesia Edisi Khusus Desember 2009*. Vol 9.Page 135-140.
- Muljadi. (2010). Pembuatan dan Karakterisasi Keramik Magnet Permanen Ba-Hexaferrite dan Sr-Hexaferrite. *Pusat Penelitian Fisika-Lembaga Ilmu Pengetahuan Indonesia*.Vol 29. No 1. Page 27-30.
- Saragi, Togar. (2011). International Symposium on Functional Material Science The Development of Advantage Research on Material Science in Indonesia Nusa Dua Bali.
- Schilling, A. dan M, Reibelt. (2007). Low Temperature Differential-Thermal Analysis to Measure Variations in Entropy.*Winterthurerstrasse Physik-*

- Institut der Universität Zürich Switzerland*. Vol 78. Page 033904-033906.
- Setiyoko, A. (2009). *Peningkatan Prosentase Fe_2O_3 dari Pasir Besi sebagai Bahan Baku Magnet Permanen Keramik dengan Metode Hydrothermal Oxydation*. Jurusan Teknik Fisika Institut Teknologi Sepuluh November: Surabaya.
- Shaise. and S.L, Jacob. (2010). *Differential Thermal Analysis (DTA)*. Handbook Nirmala College of Pharmacy(Kerala). India.
- Smykatz, W. and Klos. (1982). Application of Differential Thermal Analysis in Mineralogy. *Journal Thermal Analysis*. Vol 23. Page 15-44.
- Snoek, J.L. (1947). *New Development in Ferromagnetics Material*. Elsevier Publication. New York.
- Wang, G.H. (1999). Synthesis of Nanometer Sized TiO_2 : Particles by a Microemulsion Method. *Nanostructured Material*. Vol 11. Page 663-668.
- Yulianto, A. S, Bijaksana. dan W, Loeksmanto. (2003). Produksi Hematit dari Pasir Besi: Pemanfaatan Potensi Alam Sebagai Bahan Industri Berbasis Sifat Kemagnetan. *Jurnal Sains Material Indonesia*. Vol 5. No 1. Page 51-54.
- Yulianto, S. (2007). Fasa Oksida Besi Untuk Sintesis Serbuk Magnet Ferit. *Jurnal Sains Materi Indonesia*. Vol 8. Page 39-41.