

**KARAKTERISASI STRUKTUR KRISTALIN TIPE-M *BARIUM*
HEKSAFERIT TERSUBSTITUSI ION *MANGAN* DAN ION *TITANIUM*
MENGUNAKAN ANALISIS *RIETVELD***

Skripsi

Untuk memenuhi sebagian persyaratan mencapai derajat Sarjana S-1



Disusun oleh :

Widiyanto

J2D005206

**JURUSAN FISIKA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS DIPONEGORO
SEMARANG**

2010

ABSTRACT

The permanent magnetic $BaFe_{12}O_{19}$ is used as magnetic recorder and absorber material. Fe ion substitution by divalent cations such as Co, Mn and Ti was done to increase the magnetic properties of $BaFe_{12}O_{19}$. This research has been done using rietveld method by GSAS-EXPGUI software to find the structure and composition phases of $BaFe_{12-x}Mn_xTi_xO_{19}$ at various values of x (0; 0.5; 1; 2.5).

Structural of $BaFe_{12}O_{19}$ was analyzed from the XRD data of $BaFe_{12-x}Mn_xTi_xO_{19}$ and than is refined by GSAS-EXPGUI. The result of refinement noticeable at listview which presents the structure, phase composition and lattice parameters. XRF spectrum was used to support the result of refinement.

At all samples are founded a single phase $BaFe_{12}O_{19}$ as the main phase. Lattice parameters increase with the added value of x from the initial phase ($x = 0$) as the consequence of differences ionic radii of the Fe and substituted ionic. Grain size decreased to the limit $x = 1$, but having that grain size is increase at $x = 2.5$.

Keywords: absorber material, refinement, lattice parameters, rietveld, XRD

INTISARI

Magnet permanen $BaFe_{12}O_{19}$ sering digunakan dalam aplikasi sebagai perekam magnetik dan *absorber* material. Substitusi ion Fe dengan divalen kation seperti Co, Mn dan Ti banyak dilakukan untuk meningkatkan sifat magnetiknya. Substitusi tersebut dapat mempengaruhi perubahan struktur dan sifat magnetik $BaFe_{12}O_{19}$. Pada penelitian ini telah dilakukan analisis menggunakan *software* GSAS-EXPGUI yang berbasis pada metode *rietveld* untuk mengetahui struktur dan komposisi fasa yang terbentuk dalam $BaFe_{12-x}Mn_xTi_xO_{19}$ dengan berbagai variasi nilai x (0; 0,5; 1; 2,5).

Analisis struktur menggunakan *software* GSAS-EXPGUI dilakukan dengan memasukkan data XRD $BaFe_{12-x}Mn_xTi_xO_{19}$, yang kemudian di *refine* menggunakan fasa standar. Hasil *refinement* (pencocokan) dapat dilihat pada *listview* yang menyajikan struktur, komposisi fasa dan parameter kisi. Analisis komposisi berdasarkan data XRF digunakan sebagai pendukung hasil *refinement*.

Pada semua sampel hanya ditemukan fasa tunggal $BaFe_{12}O_{19}$ sebagai fasa utama. Parameter kisi secara keseluruhan mengalami peningkatan dengan penambahan nilai x dari fasa awal ($x = 0$) sebagai akibat perbedaan jari-jari ion Fe dan ion pensubstitusi. Ukuran butir mengalami penurunan sampai batas $x = 1$, akan tetapi ukuran butir mengalami penambahan pada $x = 2,5$.

Kata kunci: *absorber material, refinement, parameter kisi, rietveld, XRD*

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Barium heksaferit ($\text{BaFe}_{12}\text{O}_{19}$) dikenal sebagai magnet permanen dengan struktur heksagonal yang sesuai dengan *space group* P 63/mmc (Smith, 1959). Seperti keluarga oksida lainnya, material ini memiliki sifat mekanik yang sangat kuat dan tidak mudah terkorosi (Snoek, 1947). Pemakaian senyawa ini sebagai perekam magnetik, divais gelombang mikro (*microwave*) dan *absorber* (Tang dkk, 2005) sangat diminati sehingga banyak usaha dilakukan untuk memproduksi substitusi kation yang mungkin ke dalam $\text{BaFe}_{12}\text{O}_{19}$ guna meningkatkan sifat magnetiknya. Divalen logam transisi seperti Co, Ti (Mallick dkk, 2007) dan Mn (Geiler dkk, 2008) sering digunakan karena persamaan jari-jari ionik dan konfigurasi elektron (Mallick dkk, 2007).

Pada penelitian ini *barium* heksaferit disubstitusi menggunakan ion Mn dan Ti. Pembuatan magnet permanen (*barium* heksaferit) dapat dilakukan dengan beberapa cara seperti sol-gel dan metalurgi serbuk (Priyono dkk, 2004). Metode metalurgi serbuk sering digunakan karena relatif ekonomis dan mudah dilakukan. Meskipun demikian metode ini memiliki beberapa kelemahan seperti ketidakseragaman kimia, ukuran partikel kasar dan kontaminasi pengotor selama proses milling (Tang dkk, 2005).

Struktur kristalin $\text{BaFe}_{12}\text{O}_{19}$ dianalisis menggunakan data *X-Ray Diffraction* (XRD). Data XRD diolah menggunakan program *General Structure Analysis System* (GSAS) yang berbasis pada metode *rietveld*. Metode *rietveld* memiliki keunggulan dalam menganalisis data keluaran XRD yaitu dengan mencocokkan lebih dari 1 fasa yang ada secara bersamaan dan mampu mengidentifikasi fasa yang saling bertumpukan. Program ini digunakan untuk melihat komposisi fasa (perubahan struktur) dan parameter kisi pada *barium* heksaferit yang telah disubstitusi dengan Mn dan Ti.

1.2 Perumusan Masalah

Pembuatan magnet permanen $\text{BaFe}_{12-2x}\text{Mn}_x\text{Ti}_x\text{O}_{19}$ diperoleh dari pencampuran serbuk Fe_2O_3 , MnCO_3 , TiO_2 dan BaCO_3 menggunakan *ball mill*. Hasil yang diperoleh sering kali tidak sesuai dengan yang diharapkan yaitu berupa fasa tunggal $\text{BaFe}_{12-2x}\text{Mn}_x\text{Ti}_x\text{O}_{19}$. Terbentuknya fasa-fasa baru menjadi kendala saat sintesis yang dapat diakibatkan karena ketidaktepatan komposisi bahan saat pencampuran, suhu dan lama waktu sintering.

Untuk itu diperlukan analisis struktur kristalin menggunakan data *X-Ray Diffraction* (XRD) guna mengetahui fasa-fasa yang terbentuk dari proses sintesis. *Software* yang sering digunakan analisis pola difraksi XRD adalah *Analysis Powder Diffraction* (APD). *Software* ini mampu memberikan informasi puncak tunggal (*single peak*) dengan baik. Akan tetapi untuk puncak-puncak yang bertumpukan masih belum dapat dilakukan. Oleh karena itu diperlukan langkah lebih lanjut untuk menganalisis puncak-puncak yang bertumpukan tersebut.

Salah satu *software* yang dapat digunakan adalah GSAS-EXPGUI. *Software* ini mampu menganalisis puncak-puncak yang bertumpukan dan memberikan informasi kuantitatif dan kualitatif yang dibutuhkan seperti parameter kisi, komposisi fasa dll. GSAS akan melakukan *refinement* yaitu pencocokan antara parameter standar dan parameter sampel, kemudian melakukan perhitungan teoritis dan membandingkan dengan data eksperimen. Kesesuaian antara data teoritis dan eksperimen dapat dilihat pada nilai *goodness of fit* (χ^2), *Rp* dan *Rwp*.

1.3 Pembatasan Masalah

Analisis struktur ditekankan pada pengaruh substitusi ion Mn dan ion Ti terhadap komposisi fasa, parameter kisi dan ukuran butir kristal $\text{BaFe}_{12}\text{O}_{19}$. Data yang digunakan berupa data XRD serbuk $\text{BaFe}_{12-2x}\text{Mn}_x\text{Ti}_x\text{O}_{19}$, dengan nilai $x = 0$; 0,5; 1 dan 2,5 yang diperoleh dari difraktometer sinar-X dengan radiasi Co ($1,78897 \text{ \AA}$) dengan menggunakan metode *rietveld* dengan perangkat lunak GSAS-EXPGUI dengan parameter data yang diambil dari data COD (*Crystallographi Open Database*) pada fasa $\text{BaFe}_{12}\text{O}_{19}$ (*space group* P 63/mmc) sebagai fasa utama dan Fe_2O_3 (*space group* R -3c) sebagai fasa sekunder. Hasil

refining (pencocokan) dikatakan telah sesuai dengan data sebelumnya jika *goodness of fit* (χ^2) < 2, R_p dan R_{wp} < 10%.

1.4 Tujuan Penelitian

Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui secara detail pengaruh substitusi ion Fe dengan logam transisi ion Mn dan ion Ti terhadap struktur *barium* heksaferit terutama pada perubahan parameter kisi dan ukuran butir kristal dari berbagai komposisi yang dihasilkan pada parameter pembentukan yang sama.

1.5 Manfaat Penelitian

Hasil penelitian ini berupa informasi pengaruh substitusi ion Mn dan ion Ti terhadap perubahan struktur kristal *barium* heksaferit, yang selanjutnya dapat dikaitkan dengan sifat magnetik *barium* heksaferit sehingga dapat digunakan pada aplikasi praktis terutama sebagai material *absorber*.

DAFTAR PUSTAKA

- Callister, William D. 1997. *Material Science and Engineering An Introduction*. USA : John Willey & Son, Inc.
- Cullity, BD. 1959. *Element of X-Ray Diffraction*. Massachusetts : Addison-Wiley Inc.
- Cullity, BD. 2009. *Introduction to Magnetic Material Second Edition*. New Jersey : Addison-Wiley Inc.
- Geiler, A. L., S. D. Yoon, Y., Chen, C. N., Chinnasamy, Z., Chen, M., Geiler, V. G., Harris., & C. Vittoria. 2007. *BaFe₁₂O₁₉ Thin Films Grown at the Atomic Scale from BaFe₂O₄ and α -Fe₂O₃ Target*. Applied Physics Letter 91, 162510.
- Hikam, Muhammad. 1993. "Analisis Kualitatif dan Kuantitatif dengan Fluoresensi Sinar-X (XRF)". Makalah disampaikan pada *In House Training Sucofindo* tanggal 11 Desember.
- Lisjak, D., V. B. Bregar, A., Znidarsic, M., Drogenik. 2006. *Microwave Behaviour of Ferrite Composites*. JOURNAL OF OPTOELECTRONICS AND ADVANCED MATERIALS Vol. 8, No. 1, February 2006, p. 60 – 65.
- Mallick, Kajal K., Phillip Shepherd., Roger J Green. 2007. *Magnetic Properties of Cobalt Substituted M-type Barium Hexaferrite Prepared by Co-precipitation*. Journal of Magnetism Material 312 (2007) 418-429.
- Moto, Kebe., Lia Setiarini., & Zufar Abubakar. 2003. *Analisis Komposisi Fasa Dengan Metode Rietveld dan Pengaruhnya Terhadap Kekerasan Nanokomposit Ti-Si-N*. MAKARA, TEKNOLOGI, VOL. 7, NO. 1, APRIL 2003.
- Pahlevi, Mosh Riza. 2009. *Analisis Kadar Besi (Fe) dan Mangan (Mn) dari Air Gambut Setelah Dijernihkan dengan Tulang Ayam* (Tesis). Medan : Universitas Sumatera Utara
- Priyono., Yuli Astanto., Happy Traningsih., & Ainie Khuriati R.S. 2004. *Efek Aditiv Al₂O₃ Terhadap Struktur dan Sifat Fisis Magnet Permanen BaO.6(Fe₂O₃)*. Jurnal Berkala Fisika. Vol. 7, No. 2, April 2004, hal 69-73.
- Rosika, K., & Arif Nugroho. 2005. "Aplikasi XRF (X-Ray Fluorescence) Untuk Analisis Unsur dalam Bahan". Seminar Nasional FMIPA Universitas Indonesia Depok, 24-26 November.
- Rosler, S., Wartewig, P., & Langbein, H. 2003. *Synthesis and Characterization of Hexagonal Ferrites BaFe_{12-2x}Zn_xT_xO₁₉ (0 ≤ x ≤ 2) by Thermal Decomposition of Freeze-Dried Precursors*. Crys. Rest. Techno. 38, No.11, 927-934 (2003) / DOI 10. 1002 / crat. 2003 10115.
- Schroder, Dieter K. 2006. *Semiconductor Materials and Device Characterization Third Edition*, New Jersey : A John Wiley & Sons, Inc., Publication.
- Skomski, Ralph., & Coey, JMD. 1999. *Permanent Magnetism*. London : The Institute of Physic.
- Smith & Wijn. 1959. *Physical Properties of Ferrimagnetic Oxides in Relation to Their Technical Application*. Netherland : Philips Researc.
- Snoek, J.L.1947. *New Development in Ferromagnetics Material*. New York
- Suryanarayana, C & M. Grant Norton. 1998. *X-Ray Diffraction A Practical Approach*. New York : Plenam Press.
- Tang, Xin. 2005. *Influence of Synthesis Variables on The Phase Component and Magnetic Properties of M-Ba-ferrite Powders Prepared Via Sugar-Nitrates Process*. Journal of Material Science. ISSN 0022-2461.
- Toby, Brian H. 2000. *EXPGUI, Graphical User Interface for GSAS*. Journal of Applied Crystallography. ISSN 0021-8898.
- Van Vlack, Lawrence H.1985. *Elements of Material Science and Engineering, 5th edition*. USA : Addison-Wesley.
- Yong An, Sung., In Bo Shim., & Chui Sung Kim. 2002. *Mössbauer and Magnetic Properties of Co-Ti Substituted Barium Hexaferrite Nanoparticles*. Journal of Applied Physics. Vol. 91, No. 10

