

**PENGARUH MILLING DAN PEMANASAN TERHADAP
SIFAT MAGNET STRONTIUM FERRITE**

HASBIYALLAH

030202041Y



**DEPARTEMEN FISIKA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS INDONESIA
DEPOK
2007**

**PENGARUH MILLING DAN PEMANASAN TERHADAP
SIFAT MAGNET STRONTIUM FERRITE**

**Skripsi diajukan sebagai salah satu syarat
untuk memperoleh gelar Sarjana Sains**

**Oleh:
HASBIYALLAH
030202041Y**



**DEPARTEMEN FISIKA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS INDONESIA
DEPOK
2007**

HALAMAN PERSETUJUAN

SKRIPSI : PENGARUH MILLING DAN PEMANASAN TERHADAP SIFAT
MAGNET STRONTIUM FERRITE.

NAMA : HASBIYALLAH

NPM : 030202041Y

SKRIPSI INI TELAH DIPERIKSA DAN DISETUJUI.

DEPOK, 1 JULI 2007

Dr. Budhy Kurniawan

Pembimbing

Dr. Cuk Imawan

Penguji I

Dr. Dioko Trivono

Penguji II

MENGETAHUI,

KETUA DEPARTEMEN FISIKA FMIPA UI

Dr. Azwar Manaf

LEMBAR PENGESAHAN SKRIPSI

Nama : Hasbiyallah
NPM : 030202041Y
Departemen : Fisika
Program Studi : Fisika Material dan Zat Mampat
Judul : Pengaruh Milling dan Pemanasan Terhadap
Sifat Magnet Strontium Ferrite

Telah diperiksa dan disetujui di Hadapan Sidang Penguji pada :

Hari/Tanggal :

Waktu :

dan dinyatakan **LULUS**

PANITIA PENGUJI SKRIPSI

PEMBIMBING I

Dr. Budhy Kurniawan (.....)

PENGUJI I

Dr. Cuk Imawan (.....)

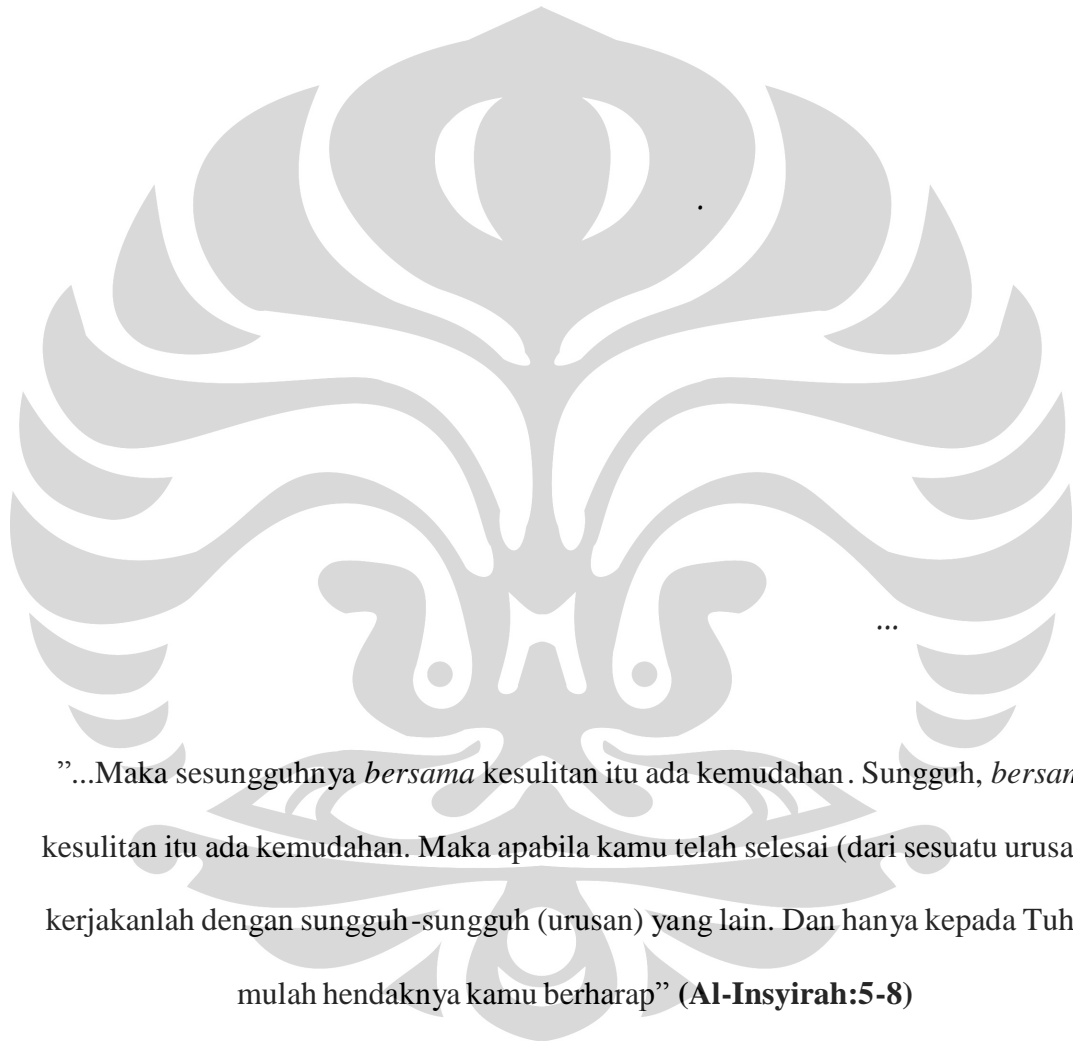
PENGUJI II

Dr. Djoko Triyono (.....)

KETUA SIDANG

Dr. Rosari Saleh (.....)

LEMBAR PERSEMBAHAN



”...Maka sesungguhnya *bersama* kesulitan itu ada kemudahan. Sungguh, *bersama* kesulitan itu ada kemudahan. Maka apabila kamu telah selesai (dari sesuatu urusan), kerjakanlah dengan sungguh-sungguh (urusan) yang lain. Dan hanya kepada Tuhan mulah hendaknya kamu berharap” (Al-Insyirah:5-8)



Universitas Indonesia

Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam

Departemen Fisika

KATA PENGANTAR

Alhamdulillah, Segala puji syukur ke hadirat Allah SWT atas semua rahmat, karunia dan hidayah -Nya sehingga penulis dapat menyelesaikan penelitian dan penulisan skripsi ini, dengan judul “Pengaruh Milling dan Pemanasan Terhadap Sifat Magnet Strontium Ferrite”. Adapun skripsi ini merupakan salah satu syarat untuk mendapatkan gelar sarjana Fisika, Universitas Indonesia.

Penulis berharap mudah -mudahan skripsi ini dapat memberikan sedikit manfaat bagi perkembangan ilmu pengetahuan dan teknologi di Indo nesia. Dan penulis menyadari bahwa dalam penelitian dan penulisan skripsi ini masih banyak kekurangannya, oleh karena itu sumbangsih kritik, ide dan saran masih diharapkan adanya.

Dan terakhir, ucapan terima kasih penulis sebanyak -banyaknya kepada semua pihak yang membantu dalam penelitian dan penulisan skripsi ini, diantaranya:

1. Bapak Dr.Budhy Kurniawan selaku pembimbing I, yang dengan sabar membimbing, memberi saran dan bantuan selama penelitian berlangsung hingga tersusunnya skripsi ini.
2. Bapak Agus Sukarto Wismogroho, terima kasih atas bantuan dan saran selama saya preparasi sampel di pusat penelitian fisika (P2F) Fisika LIPI, Serpong.
3. Bapak Dr.Anto Sulaksono selaku pembimbing akademik (PA) yang banyak memberikan saran dan motivasi cara belajar selama kuliah di departemen fisika.

4. Ibu Dr.Rosari saleh selaku ketua program peminatan fisika material dan zat mampat departemen Fisika Universitas Indonesia dan sekaligus ketua sidang.
5. Bapak Dr.Cuk Imawan dan Bapak Dr. Djoko triyono sela ku penguji I dan II yang telah memberi masukan kepada penulis sehingga penulis dapat memperbaiki kekurangan dari skripsi ini.
6. Kedua orang tua penulis yang telah lama menanti -nantikan selesainya skripsi ini, terima kasih atas dukungan moril dan materiln ya.
7. Tim pusat penelitian fisika (P2F) LIPI, Pak Nurul, mohon maaf kalau saya kurang sopan ketika disana, Pak Suryadi, terima kasih atas bimbingan awal dan data - datanya, Pak Wahyu, yang mengajarkan saya untuk sabar dan konsisten dalam mengerjakan skripsi, pak hubby, pak alfian, pak widya, pak amal, pak firman, pak lukman dan teman-teman lainnya yang telah banyak saya susahkan disana, budi baik teman-teman semua tidak akan saya lupakan.
8. Pak Ervan, semangat dan militansi bapak turut membakar saya, Pak Priyono, terima kasih banyak "kuliah" gratis dan pengalaman hidupnya, Bu Yoven, dan senior-senior S2 dan S3 lainnya yang telah membantu dalam diskusi dan pelaksanaan penelitian penulis.
9. Seluruh staf dan karyawan di lingkungan departemen fisika program S 1 Reguler dan S2 Program studi material, Mbak ratna, administrasi departemen fisika, Pak Dono, keamanan, yang banyak membantu penulis di departemen fisika.
10. Seluruh mahasiswa, teman -teman departemen fisika, doris, terima kasih semangat dan motivasi yan g mendorong saya untuk terus maju skripsi serta banyak menemani penulis dalam diskusi maupun penggunaan alat, aziz, terima

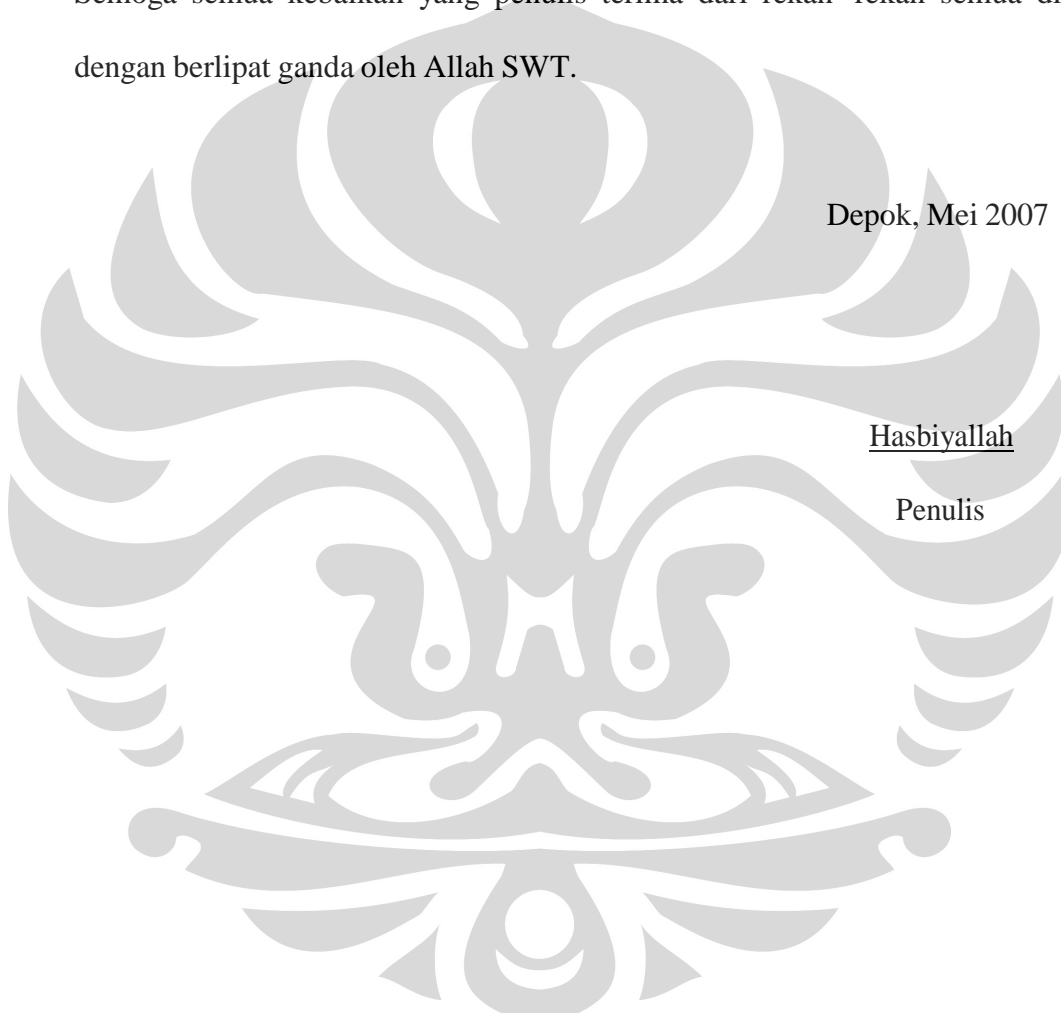
kasih diskusi dan pengajaran softwarenya, bambang, yang pertama di angkatan melepas masa bujangannya, cahya, manusia aneh tapi cukup cerdas serta yang lainnya yang tidak bisa disebutkan satu persatu.

Penulis selalu mengharapkan doa kalian untuk kesuksesan kita semua nanti. Semoga semua kebaikan yang penulis terima dari rekan -rekan semua dibalas dengan berlipat ganda oleh Allah SWT.

Depok, Mei 2007

Hasbiyallah

Penulis



ABSTRAK

Sampel penelitian adalah sampah industri baja Neomax di Jepang dengan basis ferrite. Identifikasi fase dengan XRD dan XRF memperlihatkan bahwa sampel merupakan senyawa strontium ferrite $\text{SrO} \cdot 6\text{Fe}_2\text{O}_3$ fasa tunggal. Kurva XRD menunjukkan waktu milling 5, 10 dan 20 jam tidak signifikan terlihat perubahannya. Mikrograf SEM menunjukkan semakin lama waktu milling jumlah porositas (pori) semakin berkurang dan proses sintering telah memadatkan butiran-butiran grain kristal. Perbandingan Histerisis PERMAGRAPH menunjukkan milling dengan waktu yang lebih lama dan sintering dengan waktu yang lebih lama pada suhu sekitar $1000^\circ\text{C} - 1300^\circ\text{C}$ (dibawah titik leleh Fe) dapat meningkatkan nilai remanen magnetisasi B_r , dengan kecenderungan nilai koersivitas H_c relatif tetap atau turun dalam batas tertentu.

Kata kunci : magnet; strontium ferrite; milling; sintering; remanen; koersivitas.

xiv + 67 hlm.; 25 gambar.; 3 lampiran.; 12 tabel.

Bibliografi: 10 (1972-2006).

ABSTRACT

Research sample is Neomax steel industry waste in Japan with ferrite basic. Phase identification with XRD and XRF show that sample used was *single-phase* compound of strontium ferrite $\text{SrO} \cdot 6\text{Fe}_2\text{O}_3$. XRD curve showed milling time 5, 10 and 20 hour are not significantly seen changed. SEM micrograph showed the longer milling time decreasing porosity and sintering process has solidized crystal grain. PERMAGRAPH hysteresis comparison showed longer milling time and longer sintering time with temperature about $1000^\circ\text{C} - 1300^\circ\text{C}$ (under Fe melting point) can increase magnetization remanence value B_r , with coercivity value H_c relatively tend to steady or decrease in current range.

Keyword : magnetic; strontium ferrite; milling; sintering; remanence; coercivity.

xiv + 67 page.; 25 picture.; 3 appendix.; 12 table.

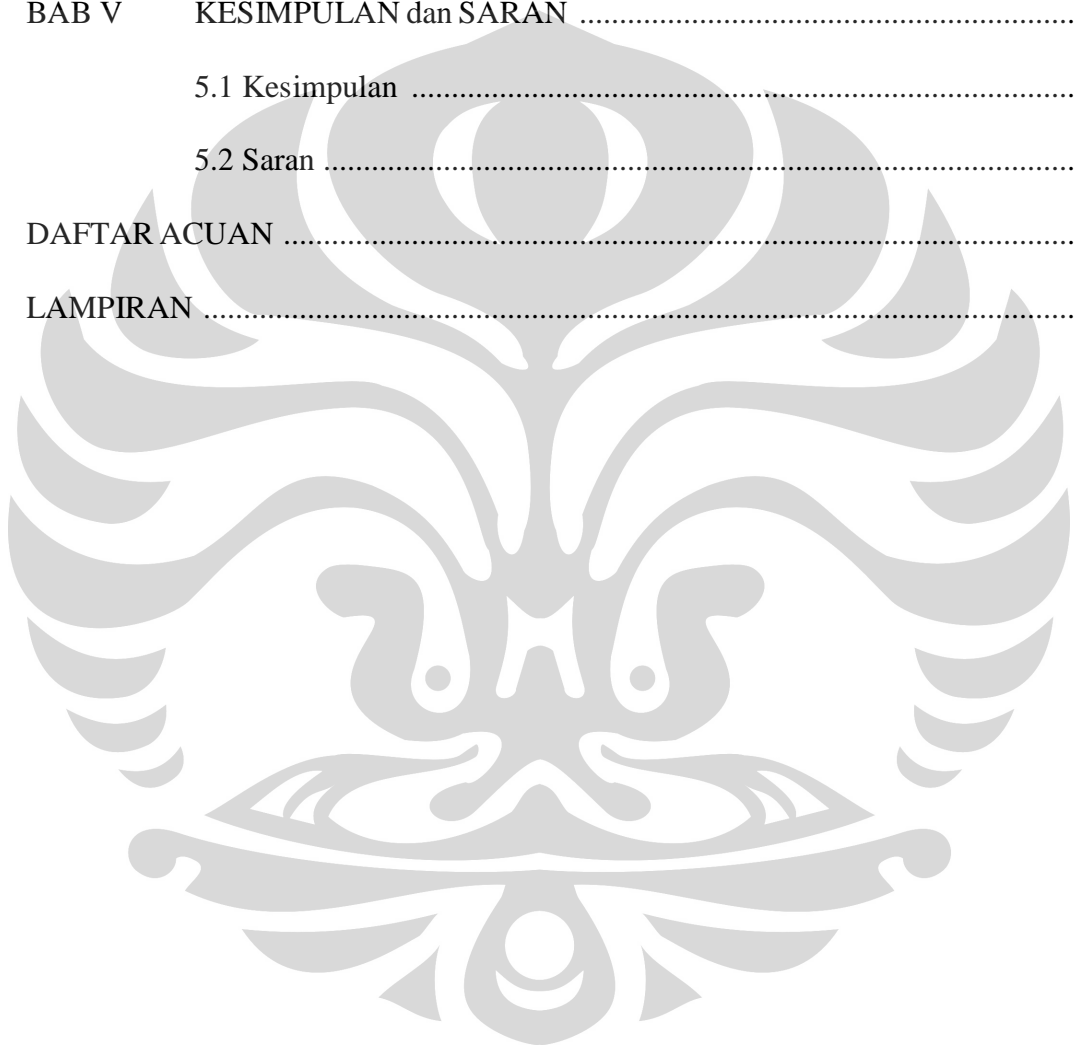
Bibliography: 10 (1972-2006).

DAFTAR ISI

	halaman
KATA PENGANTAR	i
ABSTRAK	iv
ABSTRACT	iv
DAFTAR ISI	v
DAFTAR GAMBAR	viii
DAFTAR TABEL	xi
DAFTAR LAMPIRAN	xiii
BAB I PENDAHULUAN	1
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Tujuan Penelitian	3
1.3 Pembatasan Masalah	3
1.4 Metode Penelitian	4
1.5 Sistematika Penulisan	5
BAB II TINJAUAN PUSTAKA	7
2.1 Besi	7
2.1.1 Ferrite	7
2.2 Deskripsi Magnet	8
2.2.1 Hard Magnet	16

2.2.2 Soft Magnet	19
2.3 Ball Milling	20
2.3.1 Variabel-variabel proses ball milling	21
BAB III METODE PENELITIAN	24
3.1 Bahan dan Peralatan Penelitian	24
3.1.1 Bahan Utama	24
3.1.2 Peralatan Uji	24
3.1.3 Peralatan Proses	27
3.2 Diagram Alir Penelitian	31
3.3. Tahapan Penelitian	31
3.3.1 Preparasi Sampel	31
3.3.2 Pengambilan Data	32
3.4 Variabel Penelitian	33
3.4.1 Variabel Jenis Karakterisasi Sampel Milling	33
3.4.2 Variabel Pembakaran Sampel	33
BAB IV HASIL PENELITIAN dan PEMBAHASAN	34
4.1 Identifikasi Fasa Sampel	34
4.1.1 Hasil XRF	34
4.1.2 Hasil XRD	35
4.1.3 Foto SEM	38
4.2 Hasil Karakterisasi Sampel yang telah Dimilling	40
4.2.1 Efek Milling terhadap Hasil XRD	40
4.2.1 Efek Milling terhadap hasil SEM	41

4.3 Hasil Karakterisasi Sampel Hasil Sintering	42
4.3.1 Efek Sintering terhadap Hasil XRD	42
4.3.2 Efek Sintering terhadap Hasil SEM	44
4.4 Karakterisasi Kuat Magnet	47
BAB V KESIMPULAN dan SARAN	52
5.1 Kesimpulan	52
5.2 Saran	52
DAFTAR ACUAN	54
LAMPIRAN	55



DAFTAR GAMBAR

Judul	Halaman
Gambar 1.1 Estimasi Pasar Dunia untuk Material Magnet Permanen	3
Gambar 2.1 Magnet Batang pada Medan Magnet Uniform.....	10
Gambar 2.2 Medan Dipol Magnet	12
Gambar 2.3 Susunan Arah Spin Elektron pada Magnet	15
Gambar 3.1 XRD merk Philips tipe PW3710.....	26
Gambar 3.2 XRF Element Analyzer merk Jeol tipe JSX -3211	26
Gambar 3.3 High Energy Ball Mill HEM -E3D, jar milling dan bola - bola milling. Suatu alat high energy ball mill yang memiliki sebuah jar dimana poros pusat digerakkan dengan motor yang terhubung dengan sabuk. Gigi roda dipilih khusus sehingga jar dapat berputar horizon tal dan membentuk pola elips.....	28
Gambar 3.4 Furnance merk Vulcan™ 3-550	29
Gambar 3.5 Timbangan Supersensitif merk Shimadzu LIBROR AEU-210	30
Gambar 3.6 Hydraulic Press merk JEOL tipe SX 29020.....	30
Gambar 3.7 Skema penelitian pengaruh milling dan pemanasan pada sampel magnet strontium ferrite	31

Gambar 4.1	Hasil XRD sampel magnet (M0) yang telah di-disk mill selama 0.5 jam	35
Gambar 4.2	Foto SEM sampel magnet (M0) yang telah di-disk mill selama 0.5 jam dengan perbesaran 500X, 2000X, 5000X, dan 15000X	39
Gambar 4.3	Hasil XRD bubuk sampel magnet (M0, M5, M10, M20) yang telah dimilling dengan High Energy Ball Mill HEM-E3D selama interval waktu tertentu	40
Gambar 4.4	Mikrograf SEM bubuk sampel magnet (M5) yang telah dimilling selama 5 jam dengan perbesaran 5000 X dan 15000 X	41
Gambar 4.5	Mikrograf SEM bubuk sampel magnet (M20) yang telah dimilling selama 20 jam dengan perbesaran 3500 X	41
Gambar 4.6	Perbandingan kurva XRD sampel magnet sebelum milling (M0) dan setelah sintering 1100°C selama 7 jam (M0S117H)	42
Gambar 4.7	Perbandingan kurva XRD sampel magnet sebelum milling (M0), milling 5jam (M5) dan milling 5 jam sintering 1200°C selama 8 jam (M5S128H)	42
Gambar 4.8	Perbandingan kurva XRD sampel magnet sebelum milling (M0), milling 10 jam (M10) dan milling 10jam sintering 1200°C selama 8 jam (M10S128H)	43

Gambar 4.9	Mikrograf SEM sampel magnet (M0S117H) yang telah dimilling selama 0 jam dan sintering 1100° C selama 7 jam dengan perbesaran 2000 X, 5000 X dan 10000 X	44
Gambar 4.10	Mikrograf SEM sampel magnet (M5S128H) yang telah dimilling selama 5 jam dan sintering 1200° C selama 8 jam dengan perbesaran 2000 X, 5000 X dan 10000 X	45
Gambar 4.11	Mikrograf SEM sampel magnet (M10S128H) yang telah dimilling selama 10 jam dan sintering 1200° C selama 8 jam dengan perbesaran 2000 X, 5000 X dan 10000 X.....	46
Gambar 4.12	Kurva histerisis sampel magnet milling 0 jam sintering 1100° C selama 7 jam (M0S117H)	47
Gambar 4.13	Kurva histerisis sampel magnet milling 5 jam sintering 1200° C selama 8 jam (M5S128H)	48
Gambar 4.14	Kurva histerisis sampel magnet milling 10 jam sintering 1200° C selama 8 jam (M10S128H).....	49

DAFTAR TABEL

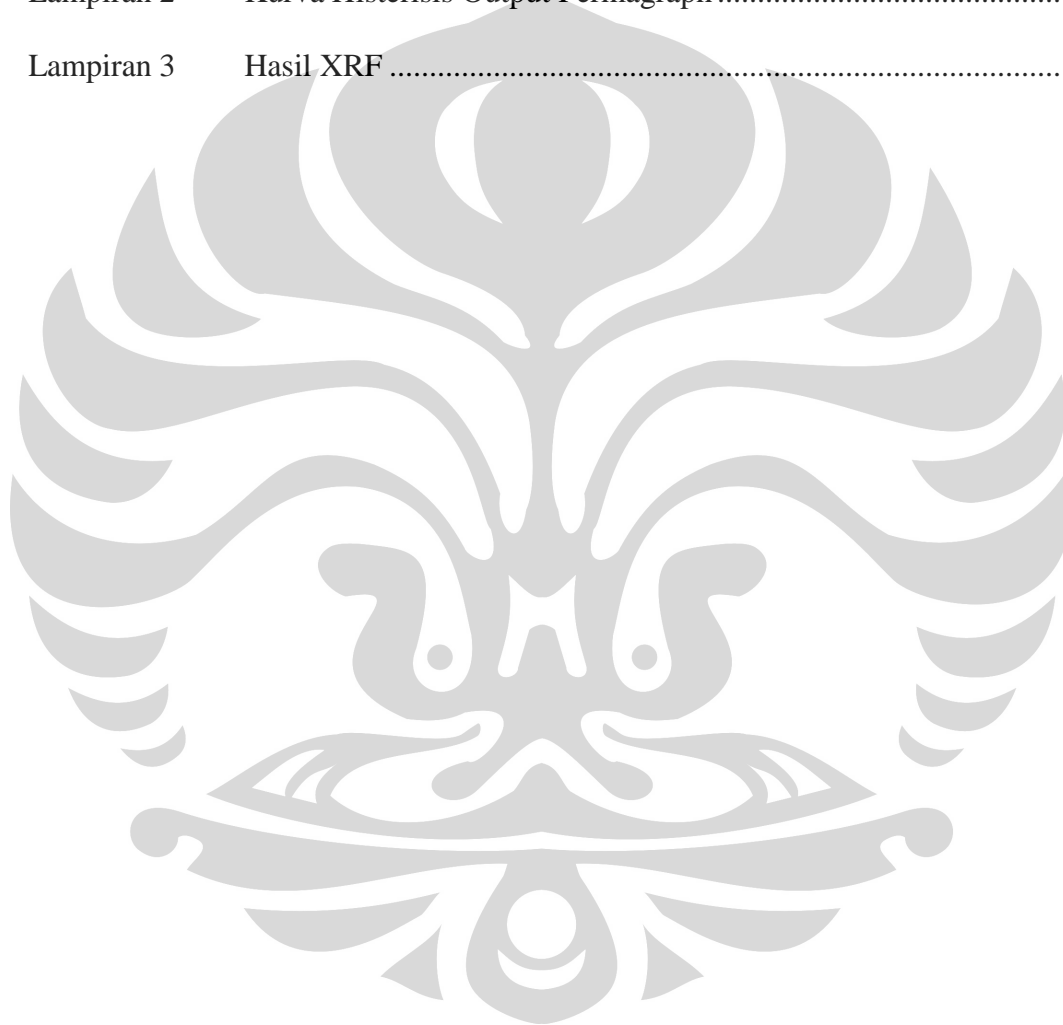
Judul	Halaman
Tabel 2.1	Data Intrinsik Strontium ferrite $\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$ 8
Tabel 2.2	Material Magnet Permanen dan Aplikasinya 17
Tabel 2.3	Total kehilangan elektrik berbagai jenis material soft magnet dengan tebal lembaran t antara 0.2 - 0.5 mm pada frekuensi 50 Hz dan amplitudo induksi 1 T 20
Tabel 3.1	Variabel penelitian jenis karakterisasi sampel milling 33
Tabel 3.2	Variabel penelitian pembakaran sampel setelah milling..... 33
Tabel 4.1	Hasil XRF, weight (%) dan atomic/mole (%) senyawa sampel magnet (M0) 34
Tabel 4.2	Data Analisis PCPDFWIN Bubuk Sampel Magnet Milling 0H (M0)..... 36
Tabel 4.3	Data Analisis PCPDFWIN Sampel Magnet Milling 0H Sintering 1200°C Selama 8 Jam (M0S128H) 37
Tabel 4.4	Titik-titik kritis kurva histerisis sampel magnet milling 0 jam sintering 1100°C selama 7 jam (M0S117H) 48
Tabel 4.5	Titik-titik kritis kurva histerisis sampel magnet milling 5 jam sintering 1200°C selama 8 jam (M5S128H) 49
Tabel 4.6	Titik-titik kritis kurva histerisis sampel magnet milling 10 jam sintering 1200°C selama 8 jam (M10S128H) 50

Tabel 4.7 Perbandingan besar remanen B_r dan koersivitas H_c
sampel magnet dengan variasi waktu milling serta
variasi suhu dan waktu sintering 50



DAFTARLAMPIRAN

Lampiran		Halaman
Lampiran 1	Data-data ICDD-PCPDFWIN.....	55
Lampiran 2	Kurva Histerisis Output Permagraph.....	58
Lampiran 3	Hasil XRF	62



BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

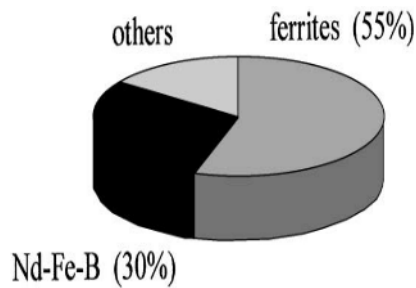
Semakin cepatnya perkembangan komunikasi bergerak dan teknologi informasi, peralatan elektronik dengan ukuran kecil, murah dan kinerja tinggi sangat diinginkan^[1]. Fenomena kemagnetan dalam dimensi yang jauh lebih kecil telah menjadi topik hangat dalam dua dekade terakhir. Banyak kemajuan, terus digali, menjadi mungkin karena tiga aspek. Pertama, perkembangan teknik manufaktur, baik deposisi dan litografi. Kedua, perkembangan teknik karakterisasi magnet seperti XMCD, XMLD, mikroskop lorentz, SEMPA, XMCD/XMLD-PEEM, SPLEEM, sp-STM, difraksi permukaan dan lainnya. Ketiga, perkembangan teknik komputasi yang patut dipertimbangkan. Saat ini ketiga aspek melampaui jangkauan 20 nm – 1 μ m, yang membuat zaman ini sangat produktif. Jangkauan ini didefinisikan sebagai nanomagnetik^[2].

Disamping mencari fenomena fisika baru, riset nanopartikel magnet mendapat momentum dari aplikasi teknologi material baru dan kompleks yang menguntungkan ini, terutama pada penyimpanan data magnetik (memori) dan bioteknologi^[2].

Nanopartikel didefinisikan sebagai kondisi zat dalam batas antara atom dan kristal. Akhir-akhir ini oksida-logam nanopartikel menjadi subjek yang cukup menarik karena sifat optik, elektronik dan magnetik yang tidak biasa, jauh berbeda

dengan sifat asalnya. Ferrite adalah material magnet yang sudah dikenal dengan koersivitas tinggi dan magnetisasi moderat. Sifat ini, dengan stabilitas fisika dan kimianya yang tinggi, membuat nanopartikel ferrite cocok untuk aplikasi perekam magnet seperti audio video tape dan disket perekam digital ^[3, 4]. Karena harganya relatif sangat murah, bahan mentah tersedia luas dan stabilitas kimianya yang tinggi, ferrite masih dominan (sekitar 55%) dalam pasar magnet permanen (lihat gambar 1.1) meskipun kekurangannya nilai $(BH)_{max}$ rendah ^[5]. Karakter magnet partikel digunakan untuk media perekam sangat tergantung pada ukuran, bentuk dan kemurnian nanopartikel ini. Partikel ini harus memiliki domain tunggal, fasa murni, koersivitas tinggi dan magnetisasi menengah. Disamping kebutuhan untuk pengembangan proses manufaktur yang relatif mudah dan ukuran partikel yang terkontrol. Maka, penulis mencoba menyelidiki pengaruh ukuran/luas permukaan partikel (milling) dan pemanasan (sintering) terhadap karakter struktur dan kuat magnet partikel ferrite ini.

Penelitian ini dilakukan untuk mempelajari karakteristik kemagnetan sampah industri baja Neomax di Jepang dengan bahan dasar ferrite. ferrite banyak digunakan dalam induktor, transformator dan peralatan elektronik lain berbasis elektromagnet. Selain itu juga digunakan sebagai pelapis radar pada pesawat *stealth*. Bubuk ferrite digunakan untuk pelapis magnet pita kaset ^[6].



Gambar 1.1 Estimasi Pasar Dunia untuk Material Magnet Permanen ^[5]

1.2 Tujuan Penelitian

Adapun tujuan dari penelitian ini adalah sebagai berikut :

1. Identifikasi fase-fase senyawa penyusun sampel magnet ferrite dengan XRD dan XRF.
2. Karakterisasi struktur partikel dengan XRD dan SEM untuk membandingkan efek *milling* dan *sintering* yang telah dilakukan.
3. Karakterisasi kuat magnet untuk membandingkan efek *milling* dan *sintering* yang telah dilakukan.

1.3 Pembatasan Masalah

Dalam penelitian ini ferrite dihaluskan dengan High Energy Ball -Mill HEM-E3D produk pusat penelitian Fisika (P2F) LIPI untuk mencoba menghasilkan bubuk sampai skala nano. Penghalusan dilakukan dengan memvariasikan lama milling dan dilakukan pada atmosfer udara bebas.

Kemudian bubuk hasil milling dikompaksi dan disinter pada suhu dan waktu yang divariasikan. Baik ferrite hasil p reparasi, bubuk hasil milling maupun hasil sintering dikarakterisasi dengan menggunakan XRD dan SEM untuk melihat strukturnya pada tiap perlakuan. Terakhir dilakukan karakterisasi kuat magnet baik ferrite hasil preparasi, bubuk hasil milling maupun hasil s intering untuk membandingkan efek perlakuan yang terjadi.

1.4 Metode Penelitian

Metode penelitian yang akan dilakukan terdiri dari beberapa tahap antara lain:

1.1.1 Studi Kepustakaan

Studi kepustakaan digunakan penulis untuk memperoleh teori-teori dasar sebagai sumber penulisan skripsi. Informasi dan pustaka yang berkaitan dengan masalah ini diperoleh dari literatur, penjelasan yang diberikan dosen pembimbing, rekan-rekan mahasiswa, internet dan buku-buku yang berhubungan dengan tugas akhir penulis.

1.1.2 Penelitian Laboratorium

Penelitian laboratorium dilakukan untuk preparasi sampel yaitu milling, kompaksi dan sintering. Karakterisasi sampel baik hasil milling maupun sintering dengan menggunakan XRD dan SEM.

1.1.2.1 Tahap Preparasi Sampel

Sampel Ferrite diambil dari produksi pabrik baja Neomax yang tidak lulus *Quality control* (QC). digerus kasar dengan menggunakan disk mill selama

0,5 jam, lalu dimilling menggunakan high energy ball -milling HEM-E3D, produk pusat penelitian Fisika (P2F) LIPI, Serpong. Kemudian bubuk hasil milling dikompaksi dan disinter pada suhu dan waktu yang divariasikan.

1.1.2.2 Tahap Karakterisasi Sampel

Baik ferrite hasil preparasi, bubuk hasil milling maupun hasil sintering dikarakterisasi dengan menggunakan XRD dan SEM untuk melihat perubahan strukturnya pada tiap perlakuan. Terakhir dilakukan karakterisasi kuat magnet baik sampel ferrite hasil preparasi, bubuk hasil milling maupun hasil sintering untuk membandingkan efek perlakuan yang terjadi.

1.1.2.3 Tahap Studi dan Analisis

Pada tahap ini data yang telah diperoleh dari difraktometer, dilakukan koreksi menggunakan perangkat komputer dengan software *PCPDFWIN*. Data juga dicocokkan dengan *International Centre for Diffraction Data* (ICDD).

1.5 Sistematika Penulisan

Penulisan skripsi ini dibagi dalam beberapa Bab dengan urutan sebagai berikut :

BAB I PENDAHULUAN

Bab ini menjelaskan tentang latar belakang masalah, tujuan penelitian, pembatasan masalah, metodologi penelitian dan sistematika penulisan.

BAB II TINJAUAN PUSTAKA

Bab ini berisi teori – teori yang dikutip dari buku – buku, jurnal , internet, majalah , maupun catatan kuliah yang melandasi penelitian ini.

BAB III METODE PENELITIAN

Pada Bab ini dijelaskan tentang penelitian yang telah dilakukan penulis, dari tahap preparasi sampel sampai tahap analisis data hasil karakterisasi dengan fluoresensi sinar-x (XRF), difraksi sinar-x (XRD), mikrograf elektron (SEM) dan magnetometer PERMAGRAPH.

BAB IV HASIL PENELITIAN dan PEMBAHASAN

Bab ini berisi data-data dan pengolahan data hasil eksperimen. Selain itu juga berisi data-data yang menjadi sampel acuan atau literatur dan analisis mengenai perbedaan antara data literatur dengan data hasil pengamatan.

BAB V KESIMPULAN DAN SARAN

Bab ini berisi hasil yang menjadi tujuan penelitian, juga saran dan masukan untuk perkembangan penelitian yang akan datang.

BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Besi

Besi merupakan logam paling penting yang terdapat di dalam lapisan bumi, yang bergabung dengan unsur-unsur lainnya dan menempati peringkat keempat terbanyak setelah oksigen, silikon dan aluminium. Besi ditemukan dalam jumlah yang bervariasi pada semua kondisi bumi dan dalam jumlah besar berupa kandungan bijih, dimana utamanya sebagai oksida, Fe_2O_3 dan Fe_3O_4 ; sulfida, FeS_2 ; karbonat FeCO_3 ; silika dan sebagai banyak mineral lainnya yang kurang penting^[7].

2.1.1 Ferrite ($\text{BaO} \cdot 6\text{Fe}_2\text{O}_3$ atau $\text{SrO} \cdot 6\text{Fe}_2\text{O}_3$)

Salah satu jenis oksida besi yaitu ferrite. Ferrite adalah material senyawa keramik *ferrimagnetik* struktur *hexagonal* dengan anisotropi kristal besar yang secara elektrik non-konduktif, terdiri dari campuran berbagai macam oksida besi seperti barium ferrite ($\text{BaFe}_{12}\text{O}_{19}$) atau strontium ferrite ($\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$) dan oksida logam lainnya. Ferrite yang digunakan pada transformator atau inti elektromagnet mengandung nikel, besi atau senyawa mangan. Memiliki koersivitas rendah, dan disebut **soft ferrite**. Karena energi yang hilang relatif kecil pada frekuensi tinggi, maka banyak digunakan pada inti power supply, transformator RF dan induktor.

Kebalikannya, magnet ferrite permanen, disebut **hard ferrites** memiliki remanensi tinggi setelah dimagnetisasi, dan dibuat dengan oksida besi seperti oksida

barium dan strontium. Pada kondisi saturasi secara magnetis ferrite menghantarkan fluks magnet sangat baik dan memiliki permeabilitas magnet tinggi. Oleh karenanya disebut *keramik magnet* untuk menyimpan medan magnet lebih kuat daripada besi. Saat ini, umumnya banyak digunakan sebagai magnet pada radio. Medan magnet maksimum B sekitar 0.35 tesla kuat medan magnet H sekitar 30 - 160 kA per meter (400-2000 oersteds). Ferrite seperti keramik lainnya, keras dan rapuh, dapat hancur dengan mudah.

Tabel 2.1 Data Intrinsik Strontium ferrite $\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$ ^[8,9]

Konstanta Kisi (Å)	Densitas (gr/cm ³)	0° K		20° C		T _c (°C)	K (ergs/cm ³)
		σ_o (emu/gr)	M_o (emu/cm ³)	σ_o (emu/gr)	M_o (emu/cm ³)		
a = 5,88 b = 23,2	5,28	100	530	72	380	450	3,3 x 10 ⁶
Remanence Br [tesla (Gauss)]	Coercivity H _c [A/m (Oe)]		(BH) _{max} [J/m ³ (Gauss-Oe)]		Resistivity ρ [O m]		
0,32 (3200)	240.000 (3.000)		20.000 (2,5 x 10 ⁶)		♦ 10 ⁴		

2.2 Deskripsi Magnet ^[8,9]

Sejarah kemagnetan berawal dengan mineral yang disebut magnetit (Fe_3O_4), material magnet pertama yang diketahui manusia. Asal muasalnya tidak diketahui, tapi daya tariknya terhadap besi telah diketahui beberapa abad sebelum kristus lahir. Magnetit tersebar luas, Pada zaman dahulu deposit yang paling melimpah ada di distrik magnesias, tempat yang sekarang menjadi turki modern, dan kata *magnet* diturunkan dari kosakata yunani, yang artinya berasal nama distrik tersebut. Dahulu

juga telah diketahui masyarakat Yunani jika sebatang besi juga akan menjadi magnet jika disentuh atau digosok dengan magnet.

Kutub magnet. Semua orang merasa aneh dengan adanya gaya tarik dan tolak magnet dengan sesamanya. Gaya ini muncul berasal dari daerah disebut kutub, terletak dekat ujung magnet. Ujung magnet batang yang menghadap kutub utara geografis bumi disebut kutub utara. Karena kutub berlawanan tarik-menarik dan sebaliknya, aturan ini artinya kutub selatan magnet dekat dengan kutub utara geografis. Hukum yang mengatur gaya antar kutub ditemukan secara independen di Inggris pada tahun 1750 oleh John Michell (1724-93) dan diperancis pada tahun 1785 oleh Charles Coulomb (1736-1806). Hukum ini menyatakan bahwa gaya F antara dua kutub sebanding dengan perkalian masing-masing kuat kutub p_1 dan p_2 dan berbanding terbalik dengan kuadrat jarak d , dirumuskan:

$$F = \frac{p_1 p_2}{d^2}$$

Kutub magnet menciptakan medan disekitarnya dan medan magnet inilah yang menghasilkan gaya pada kutub lain didekatnya. Eksperimen menunjukkan bahwa gaya ini berbanding lurus dengan kuat kutub dan kuat medan atau intensitas medan H , dirumuskan:

$$F = pH$$

Momen Magnet. Perhatikan magnet dengan kuat kutub p diletakkan dekat masing-masing ujungnya dan dipisahkan pada jarak l . Anggap magnet ditempatkan pada sudut θ terhadap medan magnet uniform H (Gambar 2.1). Maka kopling terjadi

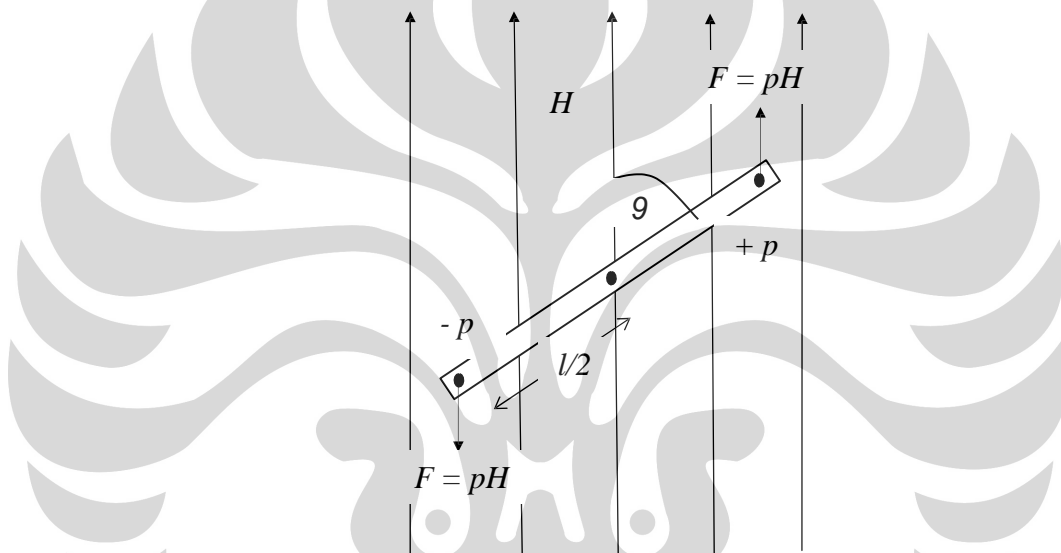
pada magnet, mencoba mengembalikannya paralel terhadap medan. Momen kopel ini adalah:

$$(pH \sin \theta)(l/2) + (pH \sin \theta)(l/2) = pHl \sin \theta$$

Dengan $H = 1 \text{ Oe}$ dan $\theta = 90^\circ$, momen diberikan oleh:

$$m = pl$$

Dimana m adalah momen magnet dari magnet.



Gambar 2.1 Magnet Batang pada Medan Magnet Uniform

Intensitas Magnetisasi. Ketika sebatang besi ditempatkan pada medan magnet, besi tersebut menjadi termagnetisasi, dan besaran magnetisasi bergantung pada kuat medan. Oleh karena itu, kita membutuhkan istilah untuk mendefinisikan besaran dimana sebuah benda dimagnetisasi. Momen magnet per satuan volume tidak berubah pada proses menggabungkan magnet dan mensejajarkannya dan maka dari itu kuantitas deskriptif dari besaran dimana magnet dimagnetisasi. Disebut *intensitas*

magnetisasi, atau lebih singkat *magnetisasi*, dan ditulis M (atau I atau J oleh beberapa penulis). Dirumuskan:

$$M = \frac{m}{v}$$

Dimana v adalah volume, kita juga dapat menuliskan:

$$M = \frac{pl}{v} = \frac{p}{v/l} = \frac{p}{a}$$

Dimana a adalah potongan melintang daerah magnet. Oleh karena itu kita memiliki alternatif definisi manetisasi M sebagai kuat kutub tiap satuan luas area potongan melintang.

Satuan momen magnet m adalah ergs/oersted, satuan magnetisasi M adalah ergs/oersted cm^3 . Bagaimanapun, satuan ini biasanya disederhanakan emu/cm^3 , dimana "emu" diartikan satuan elektromagnetik dari momen magnet.

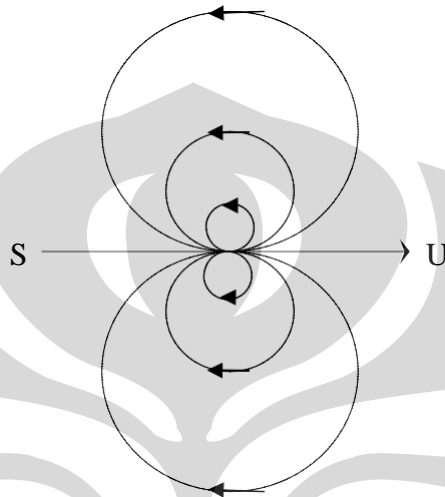
Kadangkala lebih enak merujuk besaran magnetisasi terhadap satuan massa daripada satuan volume. Maka *magnetisasi spesifik* c_r didefinisikan sebagai:

$$c_r = \frac{m}{w} = \frac{m}{v\rho} = \frac{M}{\rho} \text{ emu/gr}$$

Dimana w adalah massa dan ρ adalah densitas.

Dipol Magnet. Medan magnet pada jarak r dari magnet, dengan kuat kutub p dan panjang l , tergantung hanya pada momen pl dari magnet dan tidak pada nilai terpisah dari p dan l , jika r relatif lebih besar daripada l . Maka medan tetap sama jika panjang dibuat separuhnya dan kuat kutub digandakan. Kita dapatkan batasan magnet yang sangat singkat dengan momen terbatas disebut *dipol magnet*. Medan dipol

diilustrasikan pada gambar 2.2, oleh karena itu dapat dibayangkan pada magnet apapun, selama medan eksternal dipertimbangkan, seperti sejumlah dipol. M_0 men total magnet adalah jumlah momen dipol, dari dipol itu sendiri.



Gambar 2.2 Medan Dipol Magnet

Suseptibilitas Magnet. Properti magnet dari suatu material tidak hanya dikarakterisasi dengan besar atau arah M , tapi juga bagaimana M bervariasi terhadap H . Rasio dua kuantitas ini disebut *suseptibilitas* K , dirumuskan:

$$K = \frac{M}{H} \text{ emu/cm}^3 \text{ Oe}$$

Karena M adalah momen magnet/cm³, K juga merujuk unit volume dan terkadang disebut suseptibilitas volume. Apapun sebutannya, suseptibilitas mengindikasikan seberapa responsif material terhadap medan magnet yang diberikan. Beberapa suseptibilitas lain sebagai berikut:

$\chi = K / \rho =$ suseptibilitas massa (emu/gr Oe), dimana $\rho =$ densitas

$\chi_A = \chi A =$ suseptibilitas atomik (emu/gr atom Oe), dimana $A =$ berat atom

$\chi_M = \chi M' =$ suseptibilitas molekuler (emu/gr mol Oe), dimana $M' =$ berat molekul.

Tipe kurva M vs H , disebut *kurva magnetisasi*, berbeda-beda untuk berbagai jenis material. Dua fenomena lain dari kurva magnetisasi yang muncul:

1. *Saturasi*. Pada nilai H yang cukup besar, magnetisasi M konstan pada nilai saturasinya M_s .
2. *Histeresis*, atau *irreversibel*. Setelah saturasi, penurunan nilai H hingga nol tidak mengakibatkan penurunan M sampai nol pula.

Permeabilitas Magnet. Perbandingan nilai induksi magnet B dengan medan magnet yang diberikan H , dirumuskan:

$$\mu = \frac{B}{H}$$

Karena $B = H + 4nM$, didapat:

$$\begin{aligned} B/H &= 1 + 4n(M/H) \\ &= 1 + 4nK \end{aligned}$$

Induksi Magnet. Adalah jumlah garis-garis induksi per satuan luas (cm^2), dirumuskan:

$$B = H + 4nM$$

Dimana H adalah medan magnet yang diberikan dan M adalah intensitas magnetisasi.

Pada umumnya semua material akan terpengaruh bila ditempatkan dalam suatu medan magnet. Berdasarkan besar Suseptibilitas Bulk, secara garis besar material dapat diklasifikasikan menjadi tiga kelompok, yaitu:

a. **Diamagnetik**, suseptibilitas magnet material ini bernilai negatif kecil ($\times 10^{-5}$).

Material diamagnetik tidak memiliki net momen dipol magnet. Pemberian medan magnet luar tidak dapat membuat momen dipol magnet terorientasi, karena respon

magnet material ini berlawanan dengan medan magnet luar. Quartz, tembaga, perak, emas, bismuth dan berilium termasuk golongan ini.

b.Paramagnetik, yaitu mineral yang tertarik lemah oleh medan magnet. Suseptibilitas magnetnya bernilai positif kecil ($\chi \approx 10^{-5} - 10^{-3}$). Atom pada material paramagnetik memiliki net momen dipol magnet yang berasal dari pergerakan orbit elektron, ketika medan magnet luar diberikan, maka elektron – elektron tersebut akan menyearahkan diri searah dengan medan magnet luar. Beberapa mineral paramagnetik diantaranya aluminium, platina dan mangan .

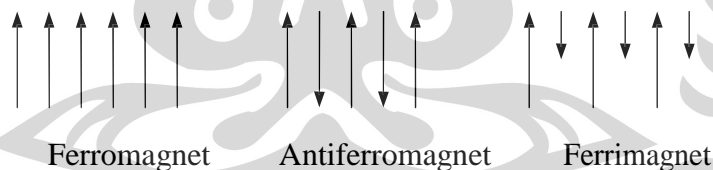
c.Ferromagnetik merupakan material yang sangat mudah tertarik oleh magnet dengan nilai suseptibilitas magnet positif tinggi, lebih besar dari 1, dan biasanya nilai $\chi \approx 50-10.000$. Material Ferromagnetik memiliki cluster-cluster kecil yang bersifat seperti magnet kecil, dimana arah momen magnet dalam tiap cluster adalah sama. Dengan diberikan medan magnet luar, maka material ferromagnet dapat mengalami polarisasi spontan sehingga dapat mudah tertarik oleh magnet permanen. Bila material ferromagnetik dimagnetisasi maka dapat menjadi magnet permanen. Magnetit, besi, kobalt dan nikel termasuk mineral ferromagnetik.

Terdapat beberapa jenis material magnet lain yang tidak termasuk tiga jenis klasifikasi diatas. Material ini semuanya sangat dekat dengan ferromagnet karena terorientasi secara magnetik. Diantaranya antiferromagnet, ferrimagnet, helimagnet dan superparamagnet. Kesemuanya ditemukan beberapa tahun setelah penggolongan klasik tiga material magnet diatas. Dari pengukuran bulk magnet, ferrimagnet tidak

terbedakan dari ferromagnet, sementara antiferromagnet dan helimagnet selama bertahun-tahun salah karena digolongkan dalam paramagnet.

Antiferromagnetik yaitu mineral /material yang memiliki suseptibilitas positif rendah pada semua temperatur, tapi besarnya bervariasi dalam hubungan tertentu dengan temperatur. Pada awalnya, orang menggolongkan material ini termasuk paramagnetik anomali. Bagaimanapun, studi lebih jauh telah menunjukkan struktur magnetiknya begitu berbeda, maka digolongkan dalam kategori yang berbeda.

Ferrimagnetik yaitu material yang menghasilkan magnetisasi spontan pada temperatur ruang, mirip dengan ferromagnetik, juga terdiri dari domain saturasi-diri dan menghasilkan fenomena saturasi magnet dan histeresis. Material ini juga dapat mengalami kehilangan magnetisasi spontan di atas temperatur kritis (temperatur curie), dan menjadi paramagnetik. Ferrimagnetik dibedakan klasifikasinya dengan Ferromagnetik hanya karena arah orientasi domainnya.



Gambar 2.3 Susunan Arah Spin Elektron pada Magnet

Berdasarkan besar koersivitas, material ferromagnet dapat digolongkan secara sederhana menjadi dua kelompok, hard magnet, nilai koersivitas $H_C > 10\text{kA/m}$ (125 Oe) dan soft magnet, nilai koersivitas $H_C < 1\text{kA/m}$ (12,5 Oe). Membedakan karakteristik soft magnet yaitu permeabilitas tinggi dan koersivitas rendah. Material hard magnet biasanya dibuat menjadi magnet permanen, karena koersivitasnya tinggi, sekali dimagnetisasi, harus dapat menjaga medan demagnetisasi termasuk dirinya.

2.2.1 Hard Magnet

Magnet permanen adalah peralatan pasif yang digunakan untuk membangkitkan medan magnet. Artinya tidak membutuhkan arus listrik mengalir dalam koil atau solenoida untuk menjaga kuat medan. Aplikasi magnet permanen sangat luas, mulai dari teknik arus tinggi seperti pada motor elektrik dan generator hingga penggunaan skala sangat kecil seperti alat pengontrol beam elektron dan alat ukur dengan koil bergerak dan aplikasi menengah seperti mikropon dan penguat suara.

Tujuan magnet permanen adalah menyediakan medan magnet dalam ruang dengan volume tertentu. Medan magnet dapat diproduksi dengan arus pada konduktor atau dengan kutub pada magnet. Untuk banyak aplikasi magnet permanen adalah pilihan yang lebih baik, karena memberikan medan magnet konstan tanpa suplai energi listrik terus-menerus dan tidak menghasilkan panas. Sebuah magnet adalah peralatan penyimpan energi yang penting. Energi dimasukkan ketika pertama kali dimagnetisasi dan terjaga dalam magnet, jika dibuat dan ditangani dengan benar. Singkatnya, kemagnetan bersifat permanen. Energi magnet (energi medan eksternal) selalu dapat digunakan dan tidak hilang dengan penggunaan berulang, seperti energi pada baterai, karena magnet tidak memiliki kerja netto terhadap sekelilingnya.

Saat ini aplikasi magnet, di industri, rumah tangga, mobil, membentuk daftar sangat panjang, pembagian utamanya ditunjukkan tabel 2.2

Tabel 2.2 Material Magnet Permanen dan Aplikasinya [8]

Aplikasi	Persentase produksi AS berdasarkan nilai		
	Alnico	Barium Ferrite	Total
Motor, generator, magnetos dan peralatan bergerak lainnya	8	13	21
Pengeras Suara	10	6	16
Dering telepon, penerima, alat pendengar, dll	7	-	7
Pengukur, saklar, kontrol, dll	7	-	7
Pipa gelombang mikro, perlatan berbasis komputer, dll	7	-	7
Separator pemurni besi, pemindah besi, dll	3	3	6
Magnet penahan, pemilih koin, mainan, dll	8	8	16
<i>Total</i>	50	30	80
Material lain (besi magnet, barium ferrite elastis, alloy, CuNiFe, dll)			20
<i>Total Akumulasi</i>			100

Energi yang dibutuhkan untuk menjaga medan magnet telah disimpan sebelumnya ketika magnet permanen "dicas" (artinya pada awal dimagnetisasi dengan kuat medan tinggi dan kemudian tetap ada ketika medan yang diberikan hilang). Magnet permanen digunakan untuk membangkitkan medan pada berbagai situasi dimana sulit untuk memberikan energi listrik, seperti pada peralatan portabel, atau dimana konstrain geometris seperti jarak ruang mengharuskan penggunaannya daripada elektromagnet.

Ketika material hard magnet digunakan sebagai magnet permanen, maka harus beroperasi pada kondisi terbaik dimana hanya bergantung pada demagnetisasi dirinya sendiri dan pada kondisi terburuk dapat bervariasi tergantung efek demagnetisasi material magnet lainnya atau medan magnet disekelilingnya. Oleh karena itu sangatlah penting bagi material ini untuk tidak mudah mengalami demagnetisasi.

Magnet permanen hanya digunakan bila memiliki magnetisasi relatif tinggi ketika dipindahkan dari medan magnet yang diberikan. Oleh karena itu, dibutuhkan remanen dan saturasi magnet tinggi.

Koersivitas. Karena magnet permanen bekerja tanpa diberikan medan magnet luar maka kemampuannya melawan demagnetisasi sangat penting, oleh karena itu koersivitas tinggi dibutuhkan. Material hard magnet memiliki koersivitas di atas 10 kA/m (125 Oe). Material terbaru memiliki koersivitas dua kali lebih besar dari ini. Contoh, koersivitas Nd-Fe-B 1,1 MA/m (14000 Oe), Sm-Co 0,69 MA/m (8700 Oe), Alnico 56 kA/m (700 Oe).

Remanen. Seberapa besarnya koersivitas magnet permanen tidak berguna jika remanen magnetisasinya rendah. Maka remanen tinggi ditambah dengan koersivitas tinggi penting. Remanen M_R adalah residu magnetisasi maksimum yang bisa didapatkan hanya pada konfigurasi rangkaian tertutup dimana tidak ada medan demagnetisasi. Karena magnet permanen bekerja pada konfigurasi "rangkaiannya terbuka", residu magnetisasi dimana magnet permanen bekerja pada rangkaian terbuka akan selalu dibawah nilai remanen M_R . Contoh, Nd-Fe-B remanen $M_R = 1,05$ MA/m (1050 emu/cc), $B_R = 1,3$ T (13 kG).

Saturasi Magnet. Remanen bergantung pada saturasi magnetisasi, oleh karena itu saturasi magnet untuk magnet permanen harus besar. ketika kondisi ini penting ternyata tidak cukup karena rasio kuadrat M_R/M_S juga harus mendekati 1 agar mencukupi remanen tinggi. Contoh, saturasi magnet Nd-Fe-B $M_S = 1,27$ MA/m, Sm-Co $M_S = 0,768$ MA/m, Alloy Alnico $M_S = 0,87-0,95$ MA/m.

2.2.2 Soft Magnet

Secara umum sifat utama material ini adalah permeabilitas tinggi, untuk membuat induksi magnet tinggi dapat terjadi, dan koersivitas rendah, agar arah induksi dapat dibalik dengan mudah. Aplikasi material soft magnet hampir seluruhnya berkaitan dengan rangkaian elektronik dimana material magnet digunakan untuk memperkuat flux yang dibangkitkan arus listrik, seperti pada pembangkit dan transmisi energi listrik, penerima sinyal radio, gelombang mikro, induktor, relai dan elektromagnet.

Permeabilitas. Sifat ini adalah parameter paling dominan untuk material soft magnet karena menyatakan seberapa besar induksi magnet dibangkitkan oleh material dengan medan magnet yang diberikan. Artinya semakin besar permeabilitas, semakin baik material ini. Range permeabilitas mulai dari $\mu_r=100.000$ pada material seperti *permalloy* (asal kata dari permeabel alloy, yaitu alloy nikel -besi) hingga turun menjadi $\mu_r=1.1$ pada magnet permanen kobalt -platina. Telah kita ketahui permeabilitas dan koersivitas memiliki hubungan terbalik, maka material dengan koersivitas tinggi biasanya memiliki permeabilitas awal rendah dan sebaliknya.

Koersivitas. Koersivitas rendah didapatkan pada alloy nikel -besi seperti *permalloy* dengan koersivitas dapat mencapai serendah 0.4 A/m.

Saturasi Magnet. Saturasi magnet terbesar yang dicapai 2.43 T pada material alloy nikel-besi mengandung 35% kobalt. Nilai saturasi magnet yang mungkin kemudian turun terus hingga nol.

2.3 Ball Milling ^[10]

Ball milling termasuk salah satu teknik pemaduan secara mekanik (*mechanical milling*), yaitu merupakan teknik larutan padat untuk mensintesa fase yang tidak seimbang seperti larutan padat super jenuh dan baru-baru saja pemaduan secara mekanik digunakan untuk menghasilkan material nano-kristalin, yang memiliki struktur atomik yang unik dan menjanjikan menarik aplikasi yang bersifat teknologi. Menggunakan teknik ini, akan mungkin untuk mencapai material baru, yang memiliki sifat-sifat unggul untuk berbagai aplikasi.

Objektivitas ball milling ini meliputi: reduksi ukuran (grain) partikel, pertumbuhan ukuran (grain) partikel, perubahan bentuk partikel, aglomerasi, pemaduan kondisi padatan, modifikasi, perubahan atau mengganti sifat-sifat material (berat jenis, kemampuan larut atau pengerasan oleh kerja), *mixing* atau *blending* dua atau lebih material atau fase campuran. Dalam banyak kasus, objektivitas ball milling adalah reduksi ukuran partikel. Operasi ball milling meliputi pematihan, deformasi (pengerjaan dingin) atau peleburan secara dingin partikel yang diimpak. Bahwa ball milling memiliki ketergantungan akan bubuk yaitu pada sifat-sifat fisik dan kimianya, maka efek yang harus diperhatikan yaitu vakum, kondisi gas atau lingkungan fluida dimana operasi berlangsung dan kondisi milling. Pemilihan proses milling didasarkan pada hasil yang diinginkan dari operasi milling, yaitu perilaku dari serbuk di bawah kondisi milling (jika mengetahui), karakteristik bubuk dan sifat-sifat mekanik serta fisik material.

Selama milling, empat tipe gaya bekerja terhadap material tertentu: impak, atrisi (pengausan), geser dan kompresi. Impak merupakan serangan yang sangat cepat

satu objek dengan objek lainnya. Kedua objek mungkin menjadi pindah atau salah satunya jadi stasioner. Atrisi merupakan hasil dari *wear debris* atau partikel-partikel yang dihasilkan gerakan karet diantara dua benda. Tipe gaya milling ini lebih suka jika materialnya mudah pecah (*friable*) dan terlihat minimal kekasarannya. Geser memberikan kontribusi terhadap pengrusakan dengan mematahkan partikel-partikel menjadi potongan-potongan sendiri dengan kehalusan minimal. Kompresi merupakan aplikasi lambat dari gaya kompresi terhadap badan material (penghancuran atau penekanan material tertentu). Tipe laku milling ini biasanya berasosiasi dengan *jaw crusher* dan penghancuran aglomerasi yang besar dari material keras dan tidak ulet.

2.3.1 Variabel-variabel proses ball milling

Pemaduan secara mekanik, dalam hal ini ball milling, merupakan suatu proses yang kompleks dimana terdapat sejumlah variabel yang ikut berpengaruh dalam optimalisasi fase produk dan atau mikrostruktur yang diinginkan. Beberapa diantara variabel penting yang ikut berpengaruh pada hasil akhir bubuk, yaitu:

a. Tipe milling

Ada beberapa tipe ball mill diantaranya yaitu: *shaker mill*, *planetary ball mill*, *attritor mill* dan *commercial mill*. Macam-macam milling diatas tersebut berbeda dalam kapasitas, kecepatan operasi dan kemampuan untuk mengontrol operasi dengan variasi temperatur dan meminimalkan pengotor terhadap bubuk.

b. Ruang milling

Bahan yang digunakan untuk ruang milling (biasa disebut juga vessel, vial, jar atau mangkok) itu penting dikarenakan oleh dampak dari media gerinda pada bagian dalam dinding ruang, beberapa material dapat lepas dan bercampur ke dalam bubuk. Hal ini akan dapat mengotori bubuk atau merubah sifat kimia dari bubuk.

c. kecepatan milling

Adalah hal yang mudah untuk menyatakan bahwa semakin besar kecepatan rotasi mill maka semakin besar pula energi yang masuk ke dalam bubuk. Meskipun begitu, kecepatan ini ada batas maksimumnya, yaitu pada kecepatan tinggi, temperatur pada ruang milling dapat mencapai temperatur yang tinggi juga. Dalam beberapa kasus, hal ini akan memberikan keuntungan dimana difusi itu dibutuhkan untuk memajukan homogenisasi dan atau pepaduan bubuk.

d. waktu milling

waktu milling adalah variabel yang sangat penting, karena jika waktunya terlalu lama akan dapat menyebabkan peningkatan level kontaminasi terhadap bubuk dan beberapa fase yang tidak diinginkan akan terbentuk. Berapa lama waktu yang dibutuhkan tergantung pada tipe milling yang dibutuhkan, intensitas milling, rasio bola terhadap bubuk dan temperatur milling.

e. media gerinda

Ini selalu diperlukan, jika mungkin, untuk memiliki material yang sama pada ruang milling dan media gerinda, juga pada bubuk yang dimilling untuk menghindari saling kontaminasi. Berat jenis media gerinda seharusnya cukup tinggi sehingga bola-bola dapat cukup menghasilkan gaya impak terhadap bubuk.

f. rasio berat bola – bubuk (*ball – powder weight ratio/BPR*)

Rasio berat bola – bubuk (BPR) memiliki efek berarti terhadap waktu yang dibutuhkan untuk mencapai fase tertentu dari bubuk yang dimilling. Semakin tinggi BPR, semakin pendek waktu yang dibutuhkan. Hal ini dapat terjadi, karena dengan peningkatan bagian berat bola, maka jumlah tumbukan per satuan waktu bertambah dan konsekuensinya semakin banyak energi yang dipindahkan ke partikel-partikel bubuk, dan akhirnya pemaduan dapat terjadi lebih cepat. Ada juga kemungkinan, dengan energi yang lebih tinggi maka semakin banyak panas yang dihasilkan dan ini dapat juga merubah sifat dasar bubuk.

BAB III

METODE PENELITIAN

3.1 Bahan dan Peralatan Penelitian

3.1.1 Bahan Utama

Bahan yang dipakai pada penelitian ini adalah ferrite, diambil dari produksi pabrik baja Neomax, Jepang yang tidak lulus *Quality control* (QC). Sampel digerus kasar dengan menggunakan disk mill selama 0,5 jam, lalu dimilling sampai halus menggunakan high energy ball -mill HEM-E3D, produk pusat penelitian Fisika (P2F) LIPI, Serpong. Kemudian bubuk hasil milling dikompaksi dan disinter pada suhu dan waktu yang divariasikan. Terakhir, dilakukan karakterisasi kuat magnet untuk mendapatkan kurva histerisis baik sampel hasil preparasi, bubuk hasil milling maupun hasil sintering untuk membandingkan efek tiap perlakuan yang diberikan.

3.1.2 Peralatan Uji

Peralatan-peralatan uji yang digunakan dalam penelitian ini antara lain adalah *X-Ray Diffractometer* (XRD) *Philips PW3710.*, *X-Ray Fluorescence* (XRF) *Jeol Element Analyzer* jenis *JSX -3211*, *Scanning Electron Micrograph* (SEM) *Jeol tipe JSX-3211*, *Magnetometer Permagraph Magnet-Physik Dr.Steingroever GmbH*.

1. X-Ray Diffractometer (XRD)

Karakterisasi dengan alat ini bertujuan untuk mengetahui senyawa - senyawa yang terkandung dalam sampel magnet. Alat ini secara akurat dapat menghasilkan puncak-puncak difraksi untuk senyawa kristalin, namun tidak demikian untuk senyawa amorf. Analisis lebih ditujukan pada senyawa lain selain Fe_2O_3 , disamping juga mencari senyawa molekulnya.

Berikut ini adalah spesifikasi dan pengaturan parameter alat XRD (di Departemen Ilmu Material, Program Pascasarjana Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Indonesia, kampus salemba) yang digunakan: Diffractometer type: PW3710 BASED, Tube Anode: Co, Generator tension [kV]: 40, Generator Current [mA]: 30, Wavelength Alpha1 [\AA]: 1.78896, Wavelength Alpha2 [\AA]: 1.79285, Intensity Ratio (alpha2/alpha1): 0.500, divergence slit: $1/4^\circ$, Receiving slit: 0.2, Monochromator used: NO, Start Angle [2θ]: 20.025, End angle [2θ]: 99.925, Step size [2θ]: 0.050, Maximum Intensity: 2735.290, Time per step[s]:1.000, Type of scan: CONTINUOUS, Minimum peak tip width: 0.00, Maximum peak tip width: 1.00, Peak base width: 2.00, Minimum significance: 0.75.



Gambar 3.1 XRD merk Philips tipe PW3710

2. X-Ray Fluorescence (XRF)

Identifikasi awal sampel magnet buangan pabrik baja Neomax menggunakan alat ini untuk mendeteksi unsur-unsur kimia dan kemungkinan senyawa-senyawa yang terkandung dalam sampel, baik unsur utama maupun pengotor-pengotornya yang dinyatakan dalam persen berat (weight %).



Gambar 3.2 XRF Element Analyzer merk Jeol tipe JSX -3211

3. Scanning Electron Micrograph (SEM)

Karakterisasi SEM digunakan untuk mengamati mikrostruktur sampel preparasi, pembentukan/ukuran grain dan lebih khusus apakah domain magnet telah terbentuk pada sampel yang telah diberikan treatment.

4. Magnetometer Permagraph Magnet-Physik Dr.Steingroever GmbH.

Karakterisasi kuat magnet untuk mencari nilai koersivitas, remanen, energi produk BH_{max} sampel dengan tujuan mempelajari sifat dan karakteristik kemagnetannya kemudian menggunakan alat ini. Peralatan ini dapat mengukur magnetisasi dan demagnetisasi sampel sekaligus dalam satu kali pengukuran, dengan nilai induksi magnet yang dapat diatur besarnya. Karena terhubung dengan komputer maka efek pemberian induksi magnet dapat dimonitor secara langsung (live) hasil kurva histerisisnya.

3.1.3 Peralatan Proses

Peralatan-peralatan pendukung yang digunakan selama proses penelitian ini antara lain adalah *Disk Mill*, *High Energy Ball Mill HEM-E3D*, *Furnace*, *Timbangan Sensitif*, *Alat Kompaksi Hidrolik*.

1. Disk Mill

Alat ini digunakan untuk proses penggerusan/penghalusan awal sampel magnet dari bentuk batuan kasar untuk mendapatkan bentuk bubuk (powder).

2. High Energy Ball Mill HEM-E3D

Proses penghalusan sampel lebih lanjut (bahkan diharapkan hingga mencapai skala nano) menggunakan alat ini. Sampel digerus dengan variasi waktu 5,10 dan 20 jam pada atmosfer udara tanpa treatment khusus lainnya.



Gambar 3.3 High Energy Ball Mill HEM-E3D, jar milling dan bola-bola milling. Suatu alat high energy ball mill yang memiliki sebuah jar dimana poros pusat digerakkan dengan motor yang terhubung dengan sabuk. Gigi roda dipilih khusus sehingga jar dapat berputar horizontal dan membentuk pola elips.

Pengaturan dan karakteristik High Energy Ball Mill HEM-E3D untuk penelitian ini:

a. Putaran

Perbandingan putaran rotor dan jar 1 : 12. kecepatan putaran motor = 0-500 rpm. Tipe putaran diskontinu/hidup-mati: hidup: 10 menit, mati: 1 menit.

b. Jar

Volume max: 200ml. jenis material jar: stainless steel.

C. Bola Milling

Material bola-bola milling: stainless krom. Ukuran bola 1/3 inci.

Perbandingan berat bola dan bahan (BPR) = 5 : 1.

3. Furnance



Gambar 3.4 Furnance merk Vulcan™ 3-550

Furnance ini digunakan pada proses pemanasan (sintering) sampel dengan variasi suhu (1100°C, 1200°C, 1300°C) dan waktu tahan (7,8,9 jam).

4. Timbangan Sensitif



Gambar 3.5 Timbangan Supersensitif merk Shimadzu LIBROR AEU -210

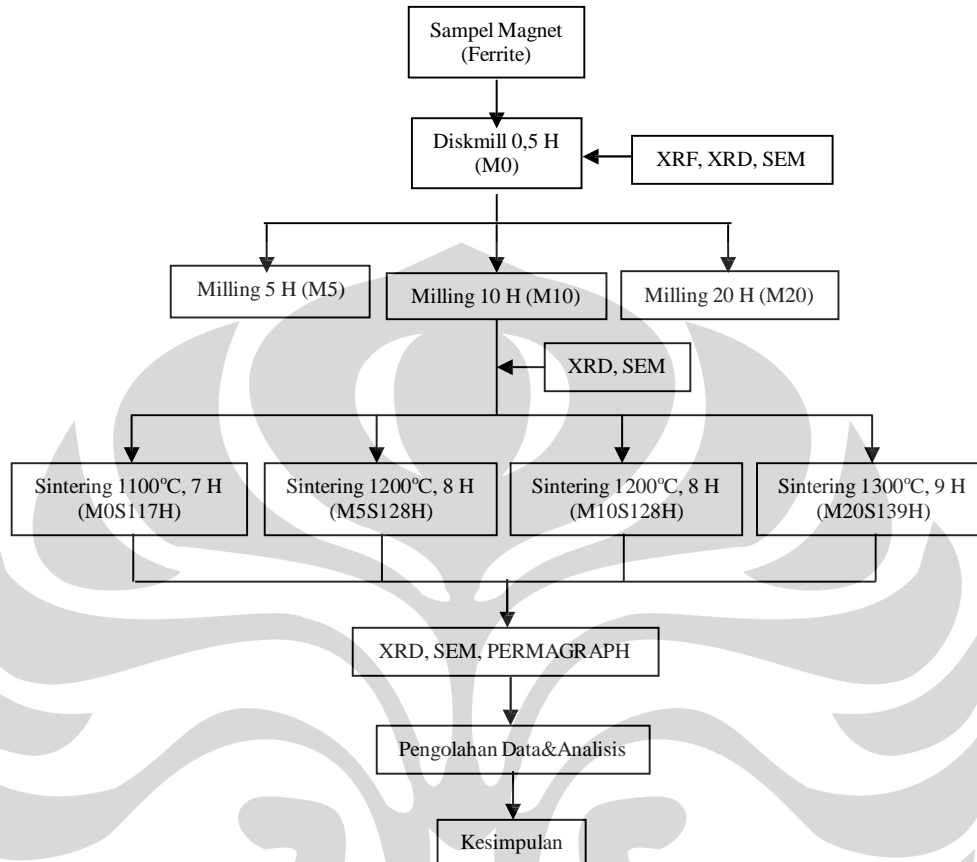
5. Alat Kompaksi Hidrolik



Gambar 3.6 Hydraulic Press merk JEOL tipe SX 29020

Alat kompaksi ini digunakan untuk membuat material kompak dari bubuk sampel magnet yang telah dimilling, yang nantinya akan digunakan untuk karakterisasi XRD. Dengan alat ini, material ini akan dikompaksi sampai tekanan sebesar 10 ton (10 MPa).

3.2 Diagram Alir Penelitian



Gambar 3.7 Skema penelitian pengaruh milling dan pemanasan pada sampel magnet strontium ferrite

3.3 Tahapan Penelitian

Kegiatan penelitian ini terdiri dari dua tahap yaitu preparasi (pemberian treatment) dan karakterisasi (pengambilan data) sampel.

3.3.1 Preparasi Sampel

Pertama kali, batuan magnet (yang diperkirakan senyawa ferrite) digerus kasar dengan menggunakan disk -mill selama 0.5 jam untuk mendapatkan sampel berbentuk bubuk (powder) dengan skala beberapa mesh. Kemudian sampel dimilling

dengan menggunakan high energy ball mill HEM -E3D, produk pusat penelitian fisika (P2F) LIPI, dengan variasi waktu milling 5,10 dan 20 jam pada atmosfer udara untuk mencoba menghasilkan bubuk sampai skala nano. Perbandingan jumlah bola terhadap bubuk (BPR) adalah 1:5.

Kemudian bubuk hasil milling dikompaksi dan disinter pada suhu dan waktu yang divariasikan. Baik bubuk hasil preparasi, bubuk hasil milling maupun hasil sintering dikarakterisasi dengan menggunakan XRD dan SEM untuk melihat strukturnya pada tiap perlakuan. Terakhir dilakukan karakterisasi kuat magnet baik ferrite hasil preparasi, bubuk hasil milling maupun hasil sintering untuk membandingkan efek perlakuan yang terjadi.

3.3.2 Pengambilan Data

Proses pengidentifikasian senyawa yang terdapat pada sampel magnet dilakukan menggunakan *X-Ray Diffractometer* (XRD) – Phillips PW 3710 menggunakan radiasi Cu K α dengan $\lambda = 1,7889 \text{ \AA}$, pada kondisi tegangan $\sim 40 \text{ kV}$ dan arus 30 mA, dan pada rentang sudut difraksi 20° - 120° yang disertai dengan kontrol komputer dengan software PC -APD dan *X-Ray Fluoresence* (XRF) – *Jeol Element Analyzer* jenis JSX-321 untuk mengetahui unsur-unsur kimia yang terdapat di dalam sampel. Semua pengukuran sampel dilakukan di Laboratorium Program Studi Ilmu Material Program Pascasarjana FMIPA, Universitas Indonesia, Salemba – Jakarta.

3.4 Variabel Penelitian

3.4.1 Variabel Jenis Karakterisasi Sampel Milling

Tabel 3.1 Variabel penelitian jenis karakterisasi sampel milling

Kode Sampel	Waktu Milling	Karakterisasi		
		XRD	XRF	SEM
M0	0 H			
M5	5 H		-	
M10	10 H		-	
M20	20 H		-	

3.4.2 Variabel Pembakaran Sampel

Tabel 3.2 Variabel penelitian pembakaran sampel setelah milling.

Kode Sampel	Waktu Milling	Sintering		Karakterisasi		
		Suhu °C	Waktu	XRD	XRF	SEM
M0S117H	0 H	1100	7 H		-	
M5S128H	5 H	1200	8 H		-	
M10S128H	10 H	1200	8 H		-	
M20S139H	20 H	1300	9 H		-	

BAB IV

HASIL PENELITIAN dan PEMBAHASAN

Berikut ini disajikan hasil karakterisasi dan identifikasi fasa material, serta analisis proses preparasi material.

4.1 Identifikasi Fasa Sampel

Karakterisasi awal yang dilakukan adalah mengidentifikasi unsur-unsur penyusun sampel magnet dari pola-pola difraksi sampel dengan mencocokkan nilai $d_{\text{Eksperimen}}$ dari puncak-puncak pola difraksi dengan database yang ada di ICDD. Estimasi fraksi unsur yang terkandung dalam sampel dengan bantuan data hasil pengukuran XRF.

4.1.1 Hasil XRF

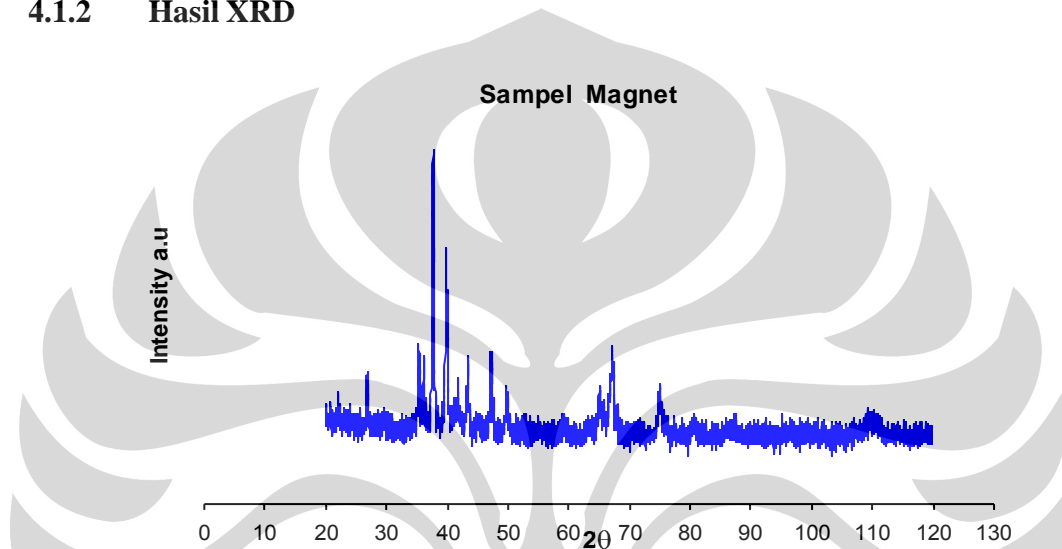
Tabel 4.1 Hasil XRF, weight (%) dan atomic/mole (%) unsur sampel magnet (M0)

No	Senyawa	wt (%)	at/mole (%)
1	Ca	0.46	0.67
2	Cr	1.03	1.16
3	Fe	85.97	89.82
4	Sr	12.54	8.35

Tabel 4.1 diatas menunjukkan hasil XRF, weight (%) dan atomic/mole (%) unsur sampel magnet (M0) yang telah di -diskmill selama 0.5 jam, terlihat bahwa sampel magnet yang diteliti memiliki 4 buah unsur kimia yang berbeda, namun hanya

dua jenis unsur dengan persentase fraksi berat yang cukup besar (>2%) yaitu Fe (85.97 wt%) dan Sr (12.54 wt%) maka diperkirakan sampel magnet adalah Strontium ferrite ($\text{SrO} \cdot 6\text{Fe}_2\text{O}_3$) dan ini akan dicocokkan dengan hasil karakterisasi kurva XRD.

4.1.2 Hasil XRD



Gambar 4.1 hasil XRD sampel magnet (M0) yang telah di -disk mill selama 0.5 jam

Dari hasil pola difraksi ditentukan beberapa puncak-puncak tertingginya, lalu dimasukkan sebagai input pencarian pada software PCPDFWIN dan se mua hasil pencarian menunjukkan senyawa Srontium ferrite ($\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$), namun yang paling mendekati adalah senyawa dengan no ID 33-1340. lalu puncak-puncak tertinggi sampel magnet hasil XRD dicocokkan dengan puncak-puncak senyawa hasil pencarian dengan PCPDFWIN baik titik d_{hkl} maupun intensitas dan didapat analisis seperti pada tabel 4.2, dimana hampir semua puncak cocok dengan database PCPDFWIN, hanya satu puncak yang ternyata setelah dilakukan pencarian dimiliki oleh CrO_3 dengan no ID 32-0285, dan diketahui bahwa senyawa ini bukan pengotor

(*Impurity*) melainkan senyawa yang memang ditambahkan pada proses pembuatan senyawa magnet jenis ini di industri, berguna untuk mengurangi porositas (pori), secara mikro dan memperhalus struktur permukaannya, secara makro. Senyawa CaO tidak terdeteksi pada kurva XRD karena persentasenya relatif sangat kecil dibawah 1 %. Maka, jelas dapat disimpulkan bahwa sampel magnet yang diteliti adalah strontium ferrite fasa tunggal (*single phase*) dengan rumus kimia $\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$ atau $\text{SrO} \cdot 6\text{Fe}_2\text{O}_3$.

Tabel 4.2 Data Analisis PCPDFWIN Bubuk Sampel Magnet Milling 0H (M0)

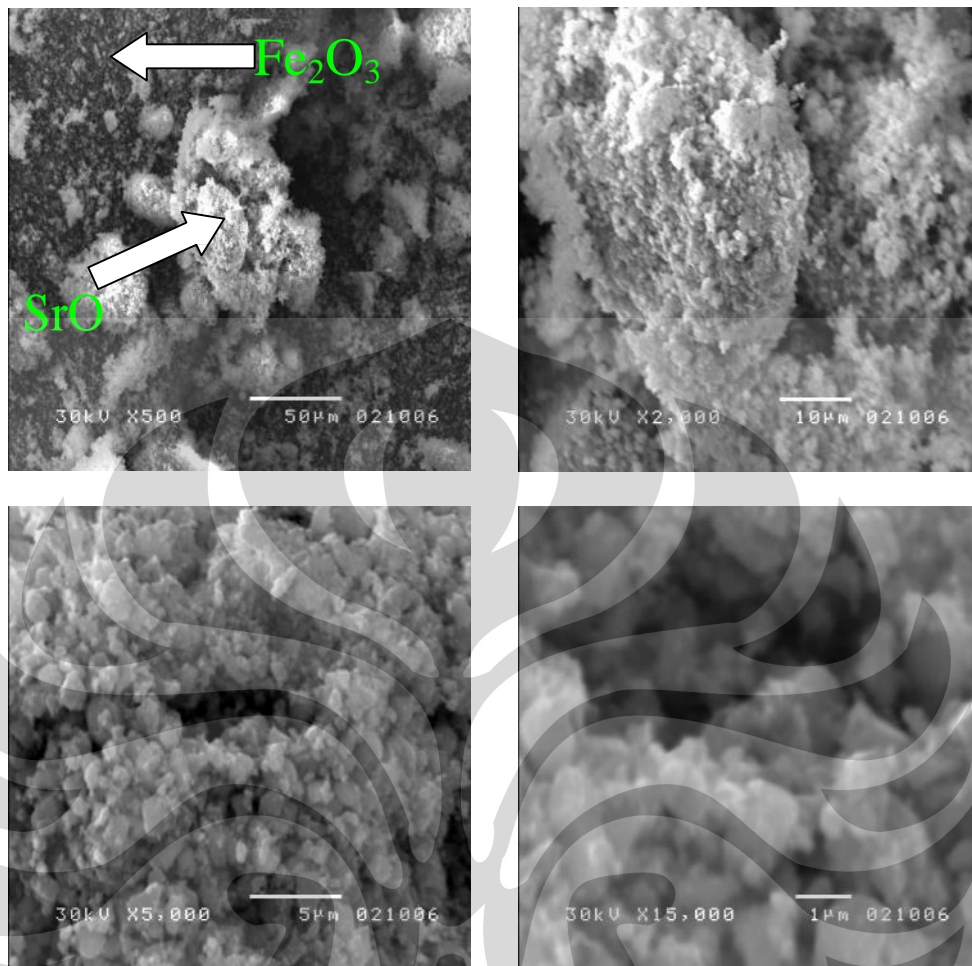
No	2θ	Titik d_{hkl}		Intensitas		hkl	Senyawa	No ID
		Exp	File	Exp	ICDD			
1	22,065	4,6742	4,6650	5,0	6	1 0 2	$\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$	33-1340
2	26,825	3,8562	3,8390	14,7	10	0 0 6	$\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$	33-1340
3	29,640	3,4970	3,4350	1,5	100	1 2 0	CrO_3	32-0285
4	35,350	2,9461	2,9450	27,3	42	1 1 0	$\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$	33-1340
5	36,140	2,8838	2,8780	23,7	21	0 0 8	$\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$	33-1340
6	37,685	2,7696	2,7650	100	95	1 0 7	$\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$	33-1340
7	39,905	2,6213	2,6210	71,2	100	1 1 4	$\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$	33-1340
8	41,750	2,5103	2,5080	13,4	15	1 0 8	$\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$	33-1340
9	43,365	2,4210	2,4200	30,6	47	2 0 3	$\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$	33-1340
10	45,005	2,3371	2,3360	5,2	7	1 1 6	$\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$	33-1340
11	47,260	2,2316	2,2320	32,1	32	2 0 5	$\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$	33-1340
12	49,870	2,1217	2,1240	18,4	21	2 0 6	$\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$	33-1340
13	59,325	1,8074	1,8061	4,4	3	2 0 9	$\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$	33-1340
14	63,240	1,7061	1,7090	6,0	6	2 0 10	$\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$	33-1340
15	65,115	1,6622	1,6629	28,2	33	2 1 7	$\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$	33-1340
16	67,265	1,6150	1,6182	46,0	48	2 0 11	$\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$	33-1340
17	74,845	1,4719	1,4715	30,2	44	2 2 0	$\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$	33-1340
18	80,605	1,3829	1,3823	8,4	12	2 0 14	$\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$	33-1340
19	99,375	1,1730	1,1738	6,0	4	1 1 18	$\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$	33-1340

Tabel 4.3 Data Analisis PCPDFWIN Sampel Magnet Milling 0H Sintering 1200 °C
Selama 8 Jam (MOS128H)

No	2θ	Titik d _{hkl}		Intensitas		hkl	Senyawa	No ID
		Exp	File	Exp	ICDD			
1	22,210	4,6441	4,6650	5,6	6	1 0 2	SrFe ₁₂ O ₁₉	33-1340
2	26,990	3,8330	3,8390	14,7	10	0 0 6	SrFe ₁₂ O ₁₉	33-1340
3	35,465	2,9368	2,9450	20,4	42	1 1 0	SrFe ₁₂ O ₁₉	33-1340
4	36,255	2,8749	2,8780	25,2	21	0 0 8	SrFe ₁₂ O ₁₉	33-1340
5	37,800	2,7614	2,7650	100	95	1 0 7	SrFe ₁₂ O ₁₉	33-1340
6	39,985	2,6162	2,6210	62,9	100	1 1 4	SrFe ₁₂ O ₁₉	33-1340
7	41,230	2,5405	2,5500	4,8	13	2 0 0	SrFe ₁₂ O ₁₉	33-1340
8	41,820	2,5062	2,5080	14,7	15	1 0 8	SrFe ₁₂ O ₁₉	33-1340
9	43,480	2,4149	2,4200	24,4	47	2 0 3	SrFe ₁₂ O ₁₉	33-1340
10	45,120	2,3315	2,3360	3,7	7	1 1 6	SrFe ₁₂ O ₁₉	33-1340
11	47,410	2,2249	2,2320	22,9	32	2 0 5	SrFe ₁₂ O ₁₉	33-1340
12	49,915	2,1199	2,1240	19,8	21	2 0 6	SrFe ₁₂ O ₁₉	33-1340
13	55,085	1,9344	1,9376	5,3	5	1 0 11	SrFe ₁₂ O ₁₉	33-1340
14	59,485	1,8030	1,8061	7,6	3	2 0 9	SrFe ₁₂ O ₁₉	33-1340
15	65,200	1,6602	1,6629	16,5	33	2 1 7	SrFe ₁₂ O ₁₉	33-1340
16	65,870	1,6452	1,6454	7,8	10	0 0 14	SrFe ₁₂ O ₁₉	33-1340
17	66,800	1,6249	1,6296	6,0	22	3 0 4	SrFe ₁₂ O ₁₉	33-1340
18	67,175	1,6169	1,6182	30,4	48	2 0 11	SrFe ₁₂ O ₁₉	33-1340
19	71,490	1,5312	1,5330	2,5	6	2 0 12	SrFe ₁₂ O ₁₉	33-1340
20	75,060	1,4683	1,4715	14,1	44	2 2 0	SrFe ₁₂ O ₁₉	33-1340
21	80,705	1,3815	1,3823	6,6	12	2 0 14	SrFe ₁₂ O ₁₉	33-1340
22	87,355	1,2952	1,2935	2,7	2	1 1 16	SrFe ₁₂ O ₁₉	33-1340
23	92,290	1,2404	1,2415	1,8	4	1 0 18	SrFe ₁₂ O ₁₉	33-1340
24	99,380	1,1730	1,1738	2,6	4	1 1 18	SrFe ₁₂ O ₁₉	33-1340
25	101,82	1,1524	1,1519	3,0	1	0 0 20	SrFe ₁₂ O ₁₉	33-1340

4.1.3 Foto SEM

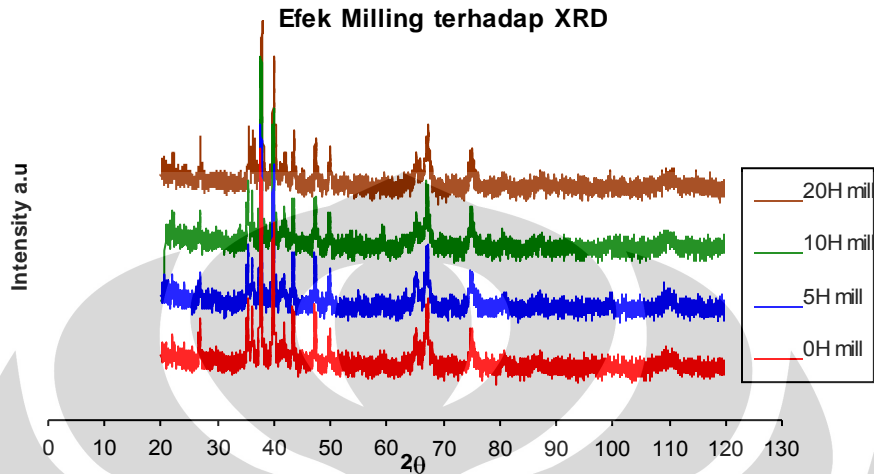
Gambar 4.2 dibawah ini menunjukkan foto SEM bubuk sampel magnet (M0) setelah di-disk mill selama 0.5 jam. Sebelum dimilling, partikel sampel magnet berukuran beberapa mikrometer, dimana permukaannya terlihat sebagai serpihan yang memiliki ketajaman. Pada perbesaran 500X, terlihat jelas bagian berwarna putih terang yang diperkirakan adalah senyawa SrO, karena terlihat lebih sedikit, dan bagian berwarna hitam gelap diperkirakan adalah Fe_2O_3 , terlihat lebih banyak. Pada perbesaran 2000X, mencoba mengamati bagian berwarna putih yang diperkirakan adalah SrO dan terlihat belum homogen. Pada perbesaran 5000X, mulai terlihat susunan grain-grain kristal, namun belum terlihat adanya batas-batas grain. Pada perbesaran 15000X terlihat partikel menunjukkan bentuk fragmen hexagonal dengan ukuran sekitar 1 μm , sebagaimana hasil mikrograf SEM pada proses pembuatan magnet keramik konvensional^[10].



Gambar 4.2 Mikrograf SEM bubuk sampel magnet (M0) yang telah di -disk mill selama 0.5 jam (sebelum milling) dengan perbesaran 500X, 2000X, 5000X, dan 15000X.

4.2 Hasil Karakterisasi Sampel Yang Telah Dimilling

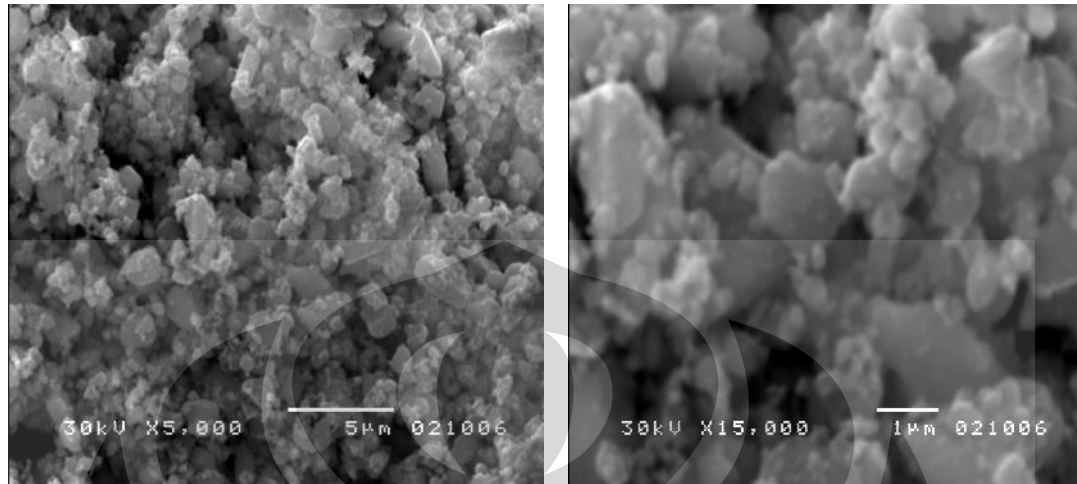
4.2.1 Efek Milling terhadap Hasil XRD



Gambar 4.3 Hasil XRD bubuk sampel magnet (M0, M5, M10, M20) yang telah dimilling dengan High Energy Ball Mill HEM-E3D selama interval waktu tertentu.

Seperti terlihat pada gambar 4.3 diatas, yang menunjukkan hasil XRD bubuk sampel magnet yang telah dimilling dengan High Energy Ball Mill HEM-E3D selama interval waktu tertentu, sejak awal 0 H puncak strontium ferrite telah terdeteksi, hal ini menunjukkan bahwa bubuk sampel magnet awal telah berfase kristalin. Namun, yang menarik tidak terjadi penurunan dan pelebaran (*broadening*) puncak seiring dengan penambahan waktu milling secara drastis, hanya terjadi relatif sedikit dan pada beberapa puncak tertentu. Artinya terjadi perubahan ukuran grain, namun tidak terlalu signifikan.

4.2.2 Efek Milling terhadap hasil SEM



Gambar 4.4 Mikrograf SEM bubuk sampel magnet (M5) yang telah dimilling selama 5 jam dengan perbesaran 5000 X dan 15000 X

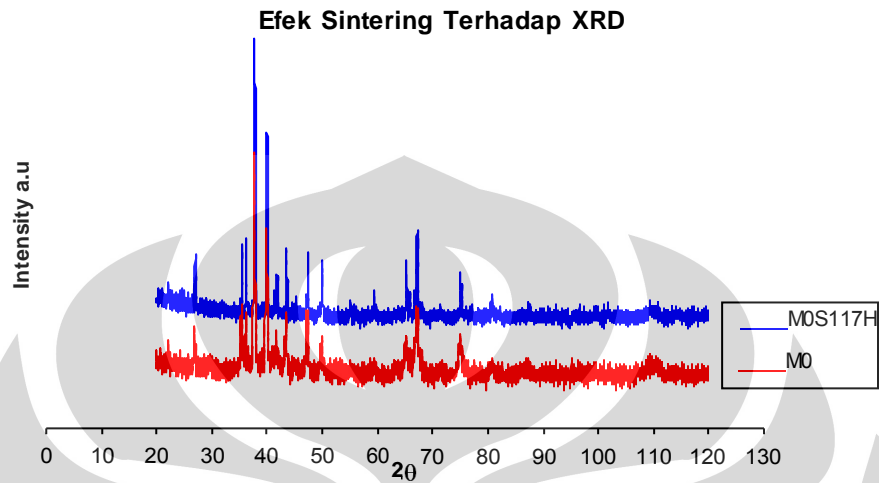


Gambar 4.5 Mikrograf SEM bubuk sampel magnet (M20) yang telah dimilling selama 20 jam dengan perbesaran 3500 X

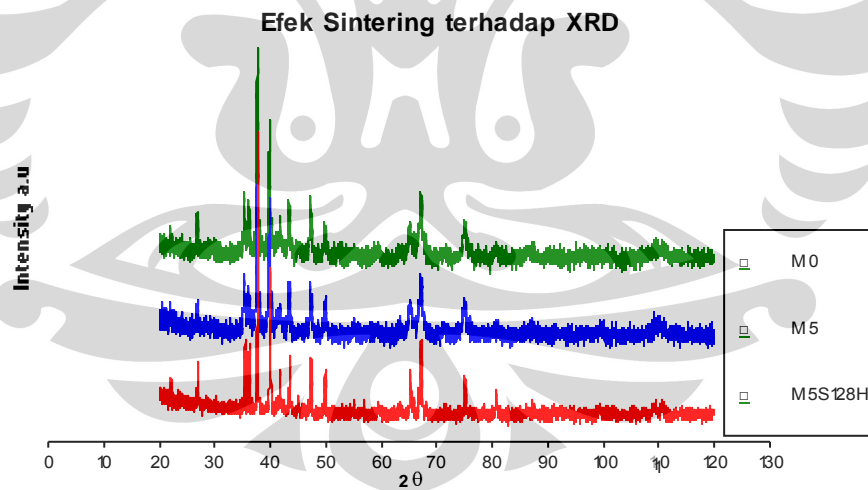
Gambar 4.4, 4.5 dan 4.6 menunjukkan perbandingan mikrostruktur sampel magnet setelah dimilling selama 5 jam dan 20 jam.

4.3 Hasil Karakterisasi Sampel Hasil Sintering

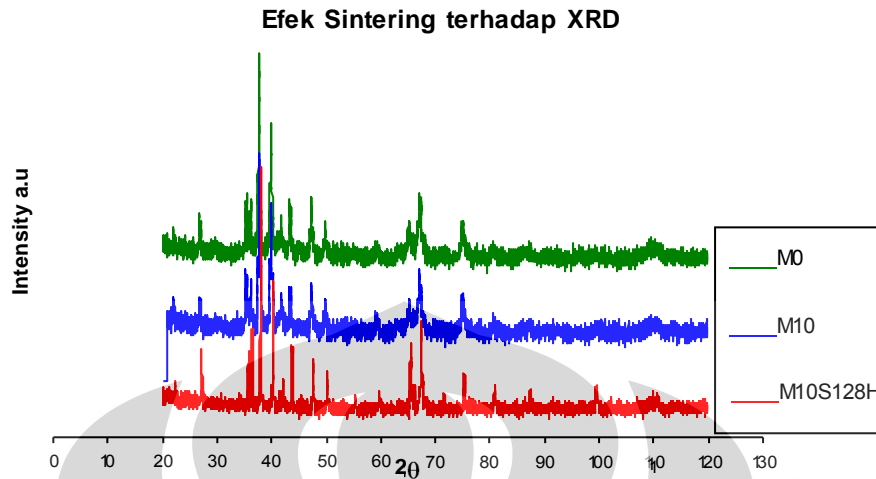
4.3.1 Efek Sintering terhadap Hasil XRD



Gambar 4.6 Perbandingan kurva XRD sampel magnet sebelum milling (M0) dan setelah sintering 1100°C selama 7 jam (M0S117H)



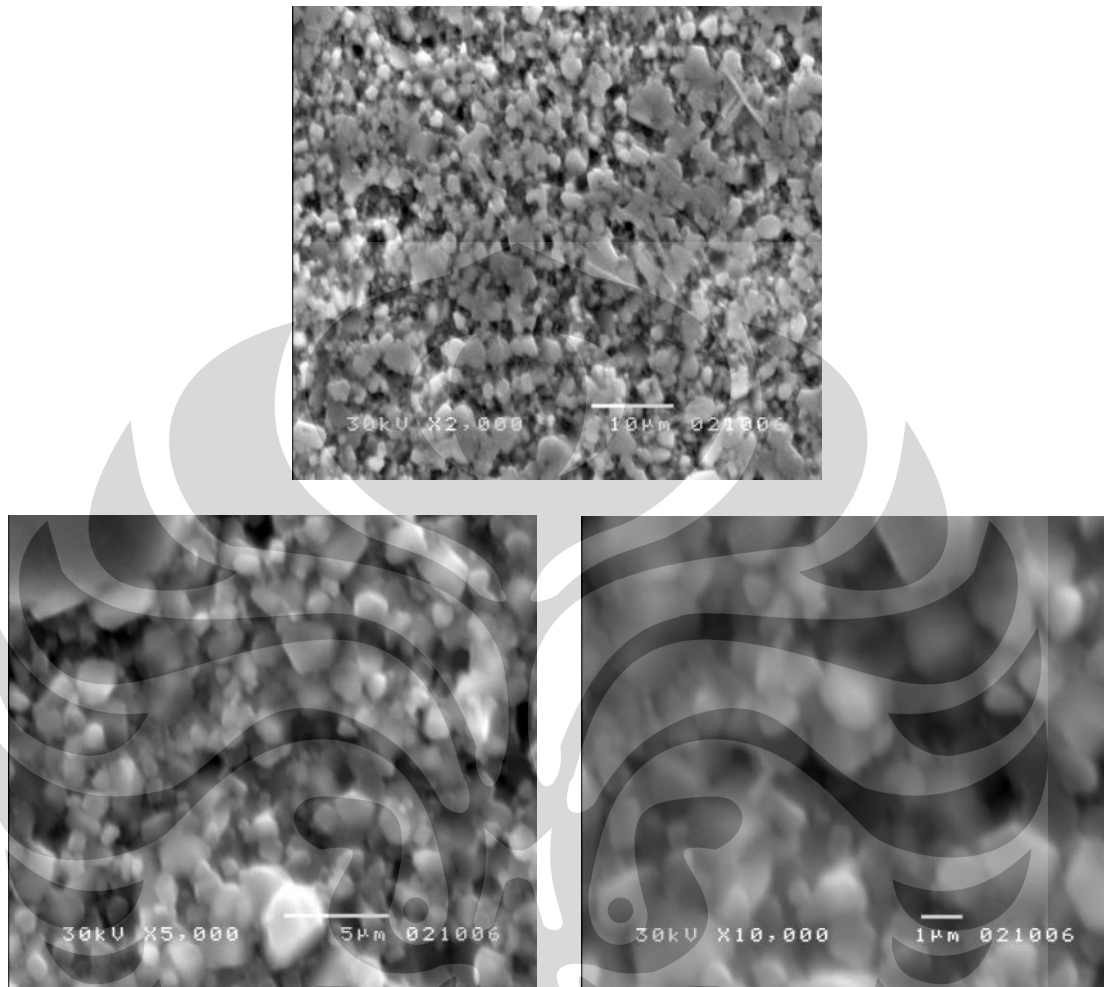
Gambar 4.7 Perbandingan kurva XRD sampel magnet sebelum milling (M0), milling 5jam (M5) dan milling 5 jam sintering 1200 °C selama 8 jam (M5S128H)



Gambar 4.8 Perbandingan kurva XRD sampel magnet sebelum milling (M0), milling 10 jam (M10) dan milling 10jam sinterring 1200 °C selama 8 jam (M10S128H)

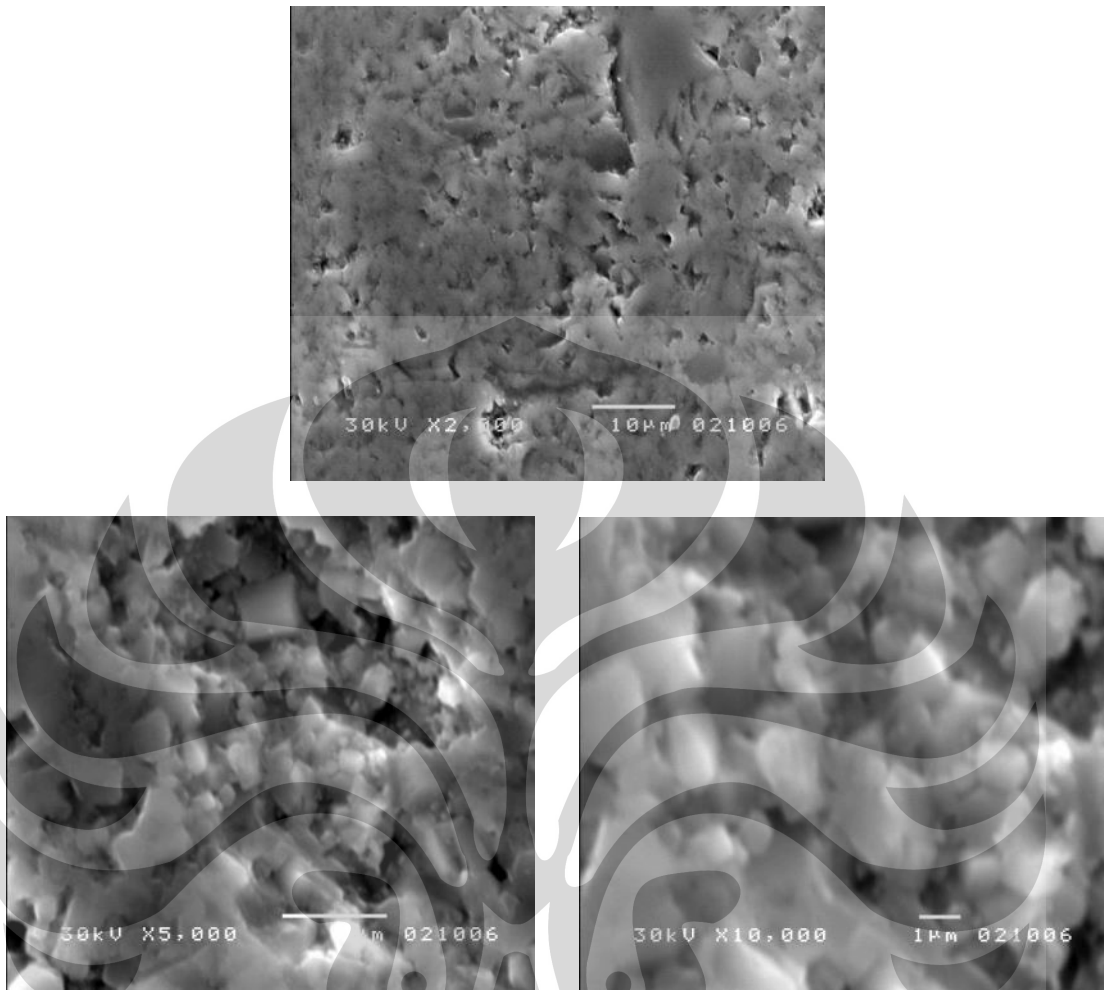
Dari gambar-gambar perbandingan kurva XRD (gambar 4.6 – 4.8) sampel magnet setelah milling dalam bentuk bubuk dan setelah kompaksi dan sinterring pada suhu dan waktu tertentu diatas, dapat terlihat bahwa setelah dilakukan proses pemanasan (sinterring) ketiga kurva menunjukkan penurunan dan penyempitan lebar garis difraksi pada dasar puncak (peak). Inilah salah satu hal yang membuktikan bahwa secara mikroskopis proses sinterring memadatkan butiran-butiran grain pada kristal, dan ini akan dilihat lebih lanjut pada hasil foto mikrograf SEM yang mengamati secara lebih mendalam mikrostruktur permukaan dari tiap sampel yang masing-masing telah diberikan perlakuan milling dan sinterring yang bervariasi.

4.3.2 Efek Sintering terhadap Hasil SEM

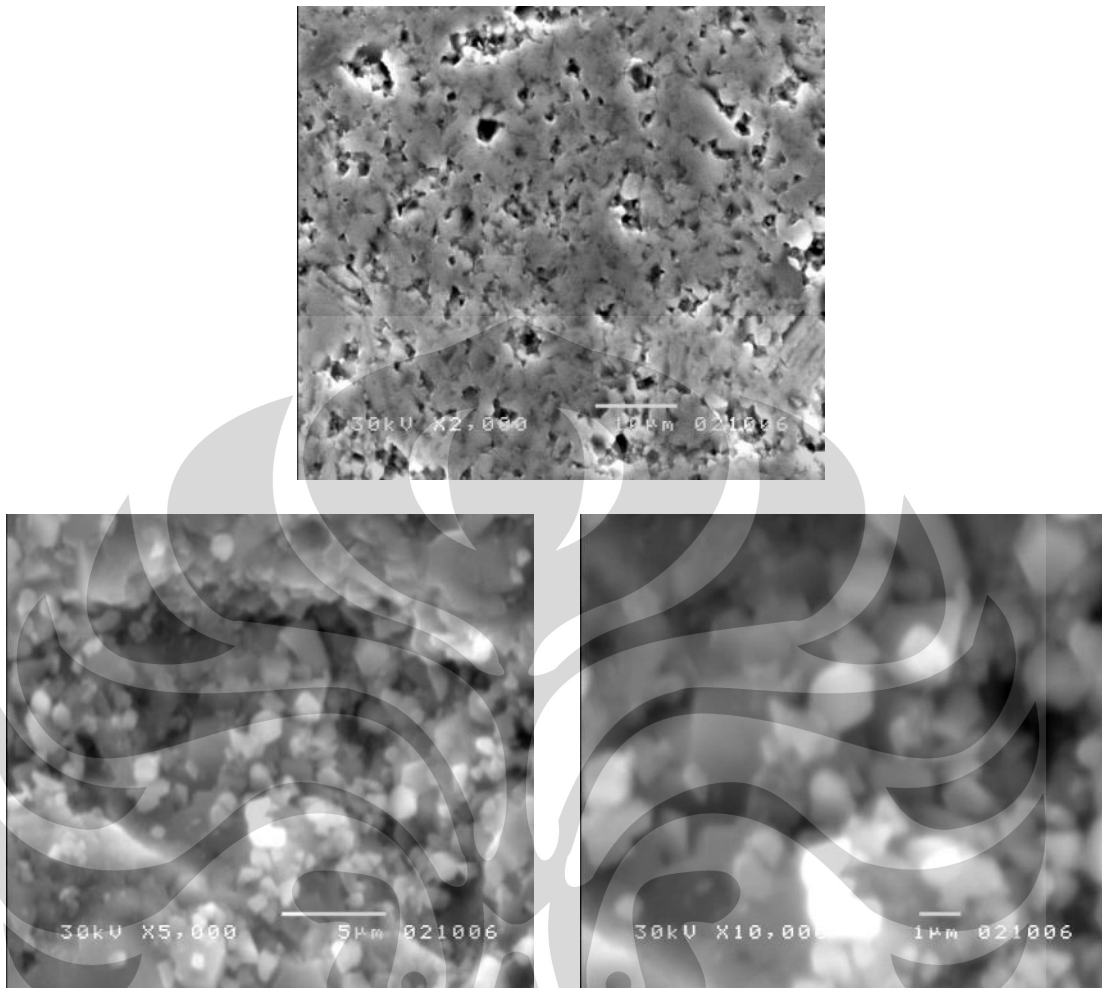


Gambar 4.9 Mikrograf SEM sampel magnet (MOS117H) yang telah dimilling selama 0 jam dan sintering 1100°C selama 7 jam dengan perbesaran 2000 X, 5000 X dan 10000 X

Jika dibandingkan hasil foto mikrograf SEM sebelum milling, setelah milling dan setelah milling dengan sintering terlihat jelas adanya proses pepadatan butiran-butiran grain kristal, sebagaimana tampak jika membandingkan gambar 4.2, 4.4 dan 4.9 yang masing-masing dengan perbesaran 5000 X.



Gambar 4.10 Mikrograf SEM sampel magnet (M5S128H) yang telah dimilling selama 5 jam dan sintering 1200° C selama 8 jam dengan perbesaran 2000 X, 5000 X dan 10000 X

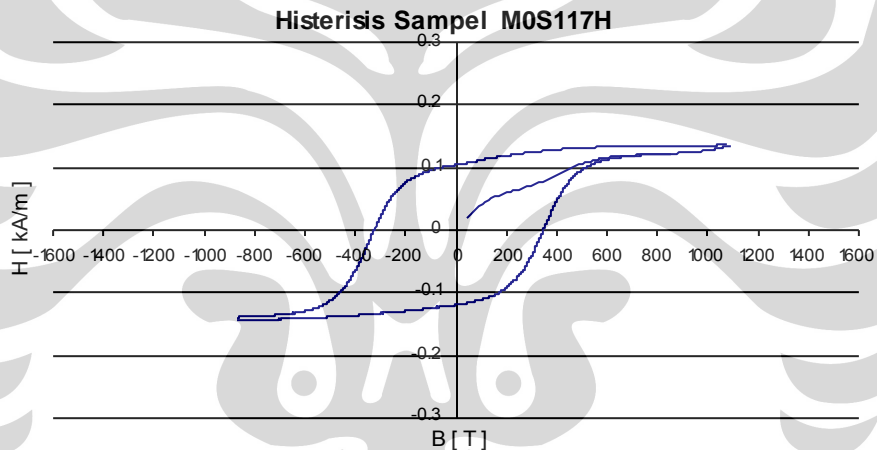


Gambar 4.11 Mikrograf SEM sampel magnet (M10S128H) yang telah dimil ling selama 10 jam dan sintering 1200° C selama 8 jam dengan perbesaran 2000 X, 5000 X dan 10000 X

Dari gambar-gambar foto mikrograf SEM sampel magnet yang telah dimilling dengan variasi waktu dan sintering dengan variasi waktu dan suhu (gambar 4.9 – 4.11) diatas, tampak bahwa sampel -sampelnya memiliki cukup banyak porositas dimana semakin lama waktu milling jumlah porositas semakin berkurang, dapat dilihat proses perubahannya dari gambar 4.9 – 4.11 dengan perbesaran 2000 X.

4.4 Karakterisasi Kuat Magnet

Karakteristik kuat magnet untuk Sr -ferrite yang telah dimilling dengan variasi waktu dan sintering dengan variasi temperatur dan waktu diukur dengan menggunakan PERMAGRAPH, pada industri atau manufaktur biasa disebut *tracer*. Kurva histerisis $B-H$ dari sampel magnet Sr-ferrite dengan waktu milling 0 jam sintering 1100°C selama 7 jam (M0S117H), waktu milling 5 jam sintering 1200°C selama 8 jam (M5S128H), waktu milling 10 jam sintering 1200°C selama 8 jam (M10S128H) dapat dilihat pada gambar 4.13, 4.14 dan 4.15 dibawah ini.



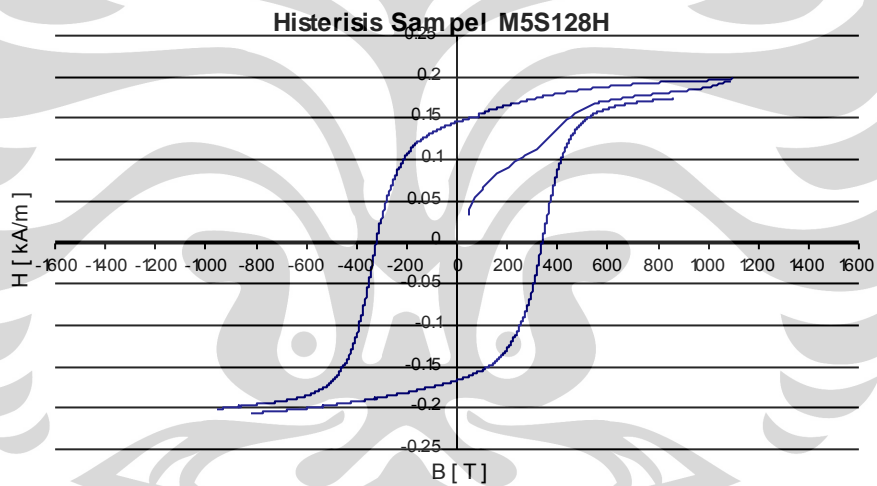
Gambar 4.12 Kurva histerisis sampel magnet milling 0 jam sintering 1100°C selama 7 jam (M0S117H)

Gambar 4.12 diatas menunjukkan kurva histerisis sampel magnet setelah di-diskmill selama 0.5 jam dan sintering pada suhu 1100°C selama 7 jam (M0S117H), sampel berbentuk lingkaran dengan diameter 10 mm dan tebal 1 mm, intensitas induksi magnet sebesar 1 T (lebih lengkap dapat dilihat di lampiran). Didapatkan titik-titik kritis dari kurva histerisis tersebut sebagaimana terlihat pada tabel 4.4 dibawah.

Tabel 4.4 Titik-titik kritis kurva histerisis sampel magnet milling 0 jam sintering 1100°C selama 7 jam (MOS117H)

Remanen B_r	0.104 T
Koersif H_c	325 kA/m
Saturasi B_s	0.135 T
$(BH)_{max}$	2 kJ /m ³

Tabel 4.4 diatas menunjukkan titik -titik kritis kurva histerisis sampel magnet setelah di-diskmill selama 0.5 jam dan sintering pada suhu 1100 °C selama 7 jam (MOS117H).



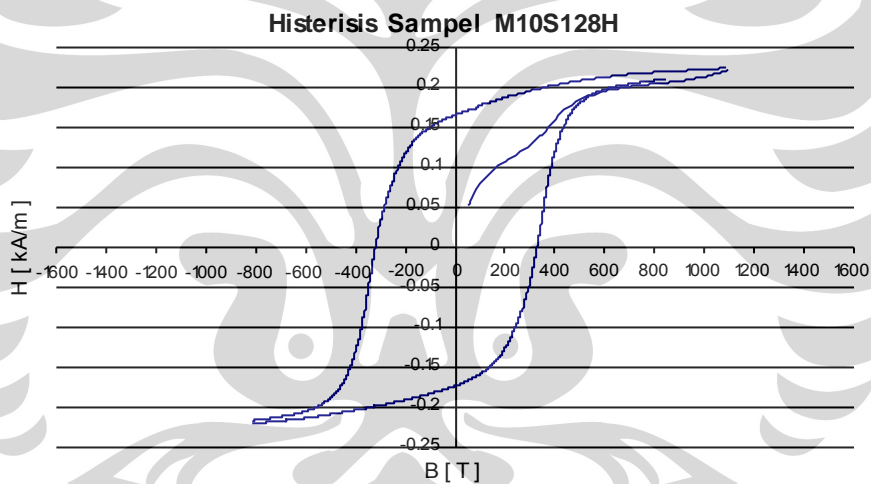
Gambar 4.13 Kurva histerisis sampel magnet milling 5 jam sintering 1200 ° C selama 8 jam (M5S128H)

Gambar 4.13 diatas menunjukkan kurva histerisis sampel magnet setelah dimilling selama 5 jam dan sintering pada suhu 1200 °C selama 8 jam (M5S128H). Terlihat kurva memanjang keatas menandakan terjadi kenaikan nilai remanen B_r bila dibandingkan dengan kurva pada gambar 4.12 sebelumnya.

Tabel 4.5 Titik-titik kritis kurva histerisis sampel magnet milling 5 jam sintering 1200°C selama 8 jam (M5S128H)

Remanen B_r	0.145 T
Koersif H_c	321 kA/m
Saturasi B_s	0.195 T
$(BH)_{max}$	3.8 kJ /m ³

Tabel 4.5 diatas menunjukkan titik -titik kritis kurva histerisis sampel magnet setelah dimilling selama 5 jam dan sintering pada suhu 1200 °C selama 8 jam (M5S128H).



Gambar 4.14 Kurva histerisis sampel magnet milling 10 jam sintering 1200 °C selama 8 jam (M10S128H)

Gambar 4.14 diatas menunjukkan kurva histerisis sampel magnet setelah dimilling selama 10 jam dan sintering pada suhu 1200 °C selama 8 jam (M10S128H). Terlihat terjadi pemanjangan keatas (nilai remanen B_r naik) dengan kecenderungan lebar (nilai koersivitas H_c) yang kurang lebih sama.

Tabel 4.6 Titik-titik kritis kurva histerisis sampel magnet milling 10 jam sintering 1200°C selama 8 jam (M10S128H)

Remanen B_r	0.165 T
Koersif H_c	320 kA/m
Saturasi B_s	0.221 T
$(BH)_{\max}$	4.9 kJ /m ³

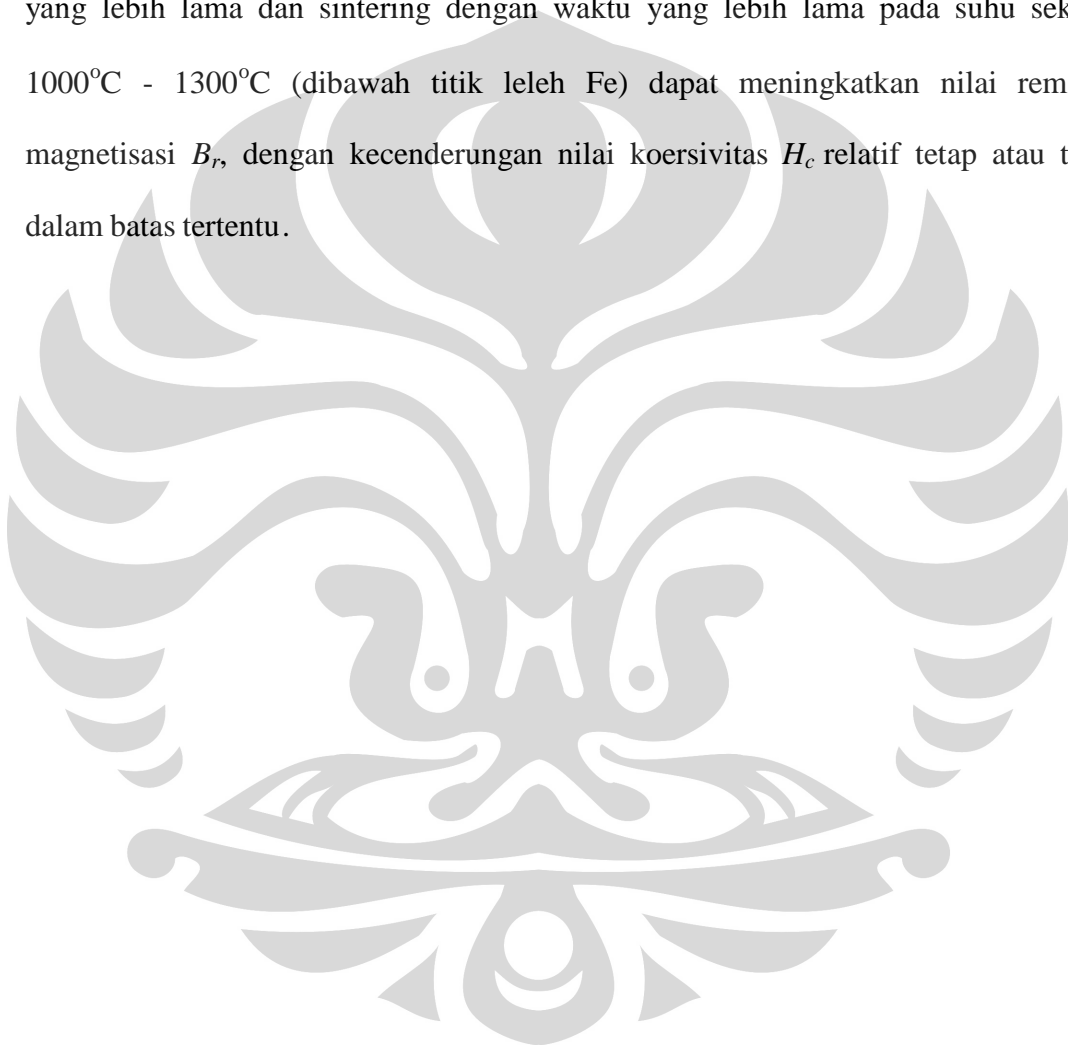
Tabel 4.6 diatas menunjukkan titik -titik kritis kurva histerisis sampel magnet setelah dimilling selama 10 jam dan sintering pada suhu 1200 °C selama 8 jam (M10S128H)

Jika diperhatikan pada gambar 4.14 dan 4.15, terlihat dengan temperatur dan waktu sintering yang sama, namun dengan waktu milling yang berbeda kurva histerisis memanjang, menandakan bahwa remanen meningkat seiring dengan meningkatnya waktu milling. Hal ini mungkin terjadi karena waktu milling yang lebih lama memperluas struktur (grain) permukaan dan sintering memadatkan luasan area grainnya sehingga energi magnetostatik t erbagi pada luas area grain yang lebih sedikit.

Tabel 4.7 Perbandingan besar remanen B_r dan koersivitas H_c sampel magnet dengan variasi waktu milling serta variasi suhu dan waktu sintering.

Kode sampel	Waktu milling	Sintering		B_r (T)	H_c (kA/m)
		Suhu	Waktu		
M0S117H	0 H	1100°C	7 H	0.104	325
M5S128H	5 H	1200°C	8 H	0.145	321
M10S128H	10 H		8 H	0.165	320

Tabel 4.7 diatas menunjukkan perbandingan besar remanen B_r dan koersivitas H_c sampel magnet dengan variasi waktu milling serta variasi suhu dan waktu sintering. Dengan memperhatikan perbandingan kurva histerisis pada gambar 4.12 – 4.14 dan tabel 4.4 - 4.7 diatas, dapat disimpulkan bahwa milling dengan waktu yang lebih lama dan sintering dengan waktu yang lebih lama pada suhu sekitar ar 1000°C - 1300°C (dibawah titik leleh Fe) dapat meningkatkan nilai remanen magnetisasi B_r , dengan kecenderungan nilai koersivitas H_c relatif tetap atau turun dalam batas tertentu.



BAB V

KESIMPULAN dan SARAN

5.1 KESIMPULAN

Berdasarkan eksperimen dan analisis yang telah dilakukan, dapat diambil beberapa kesimpulan sebagai berikut:

1. Identifikasi fase dengan XRD dan XRF memperlihatkan bahwa sampel magnet yang dijadikan objek penelitian merupakan suatu senyawa strontium ferrite fasa tunggal (*single phase*) $\text{SrO} \cdot 6\text{Fe}_2\text{O}_3$.
2. Hasil kurva XRD menunjukkan waktu milling 5, 10 dan 20 jam tidak signifikan terlihat perubahannya. Hasil mikrograf SEM menunjukkan semakin lama waktu milling jumlah porositas (pori) semakin berkurang dan proses sintering telah memadatkan butiran-butiran grain kristal.
3. Perbandingan kurva histerisis PERMAGRAPH menunjukkan milling dengan waktu yang lebih lama dan sintering dengan waktu yang lebih lama pada suhu sekitar $1000^\circ\text{C} - 1300^\circ\text{C}$ (dibawah titik leleh Fe) dapat meningkatkan nilai remanen magnetisasi B_r , dengan kecenderungan nilai koersivitas H_c relatif tetap atau turun dalam batas tertentu.

5.2 SARAN

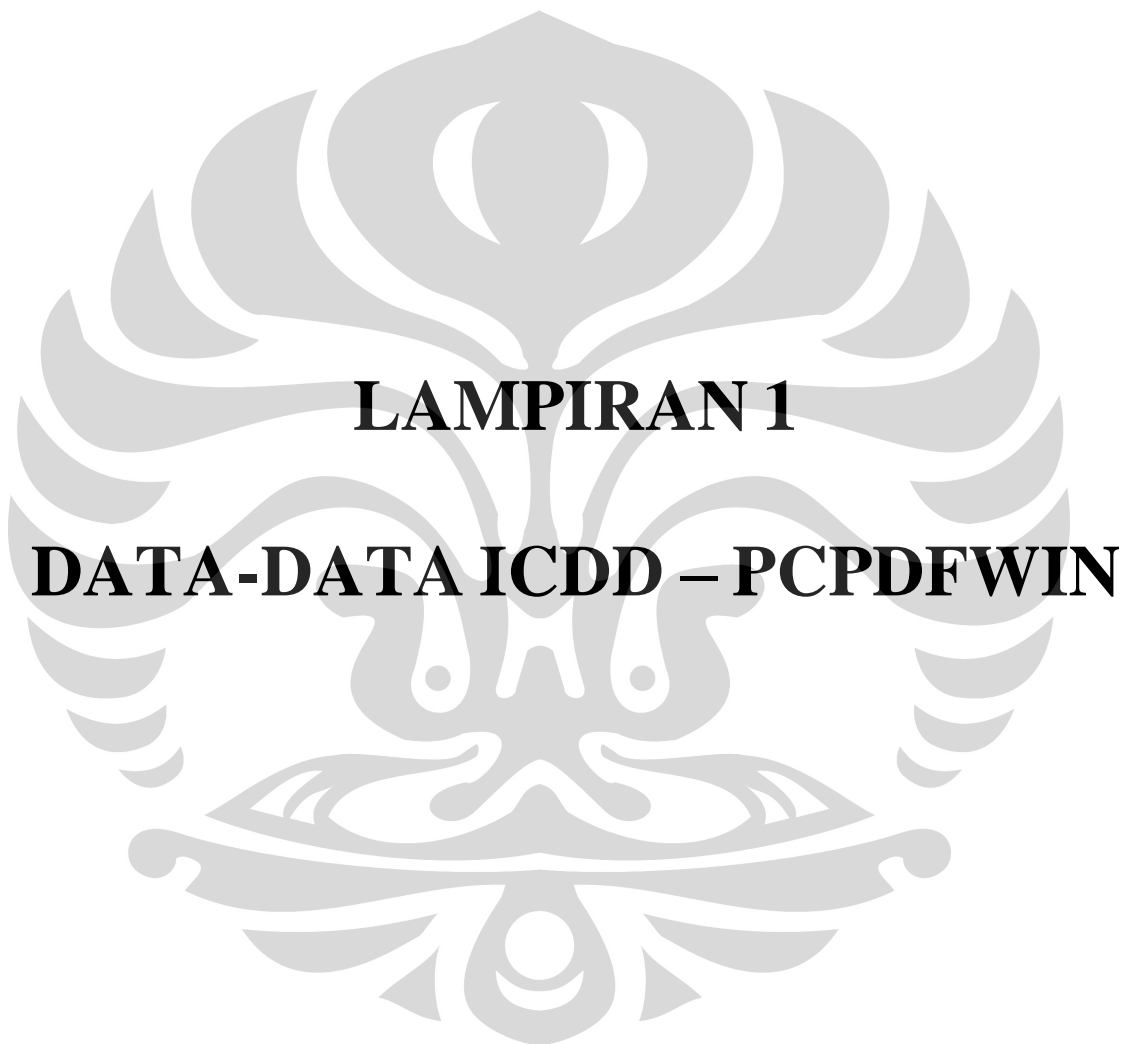
1. Karena volume vial HEM -E3D kecil disarankan satu kali milling untuk satu variasi waktu agar sampel yang didapatkan cukup banyak untuk treatment.

2. Karakterisasi Permagraph sebaiknya dilakukan terakhir setelah semua karakterisasi selesai, karena setelah masuk permagraph sampel telah menjadi magnet dan tidak dapat dikarakterisasi dengan SEM.



DAFTARACUAN

1. X. Qi, J. Zhou, Z. Yue, Z. Gui, L. Li, *Journal of Magnetism and Magnetic Material*. (2002).
2. O. Fruchart and A. Thiaville, *Magnetism in Reduced Dimension*, *Phys. Rev. B* 63, 144409 (2001).
3. V. Pallai and D.O. Shah, *Journal of Magnetism and Magnetic Materials* **163**, 243-248, (1996).
4. R Skomski, *Journal of Physics Condensed. Matter* **15**, R1-R56, (2003).
5. K.H. Muller, G. Krabbes, J. Fink, S. Grub , A. Kirchner, G. Fuchs and L. Schultz, *Journal of Magnetism and Magnetic Materials* 226 -230 1370-1376 (2001).
6. Cullity, B.D. *Element of X-ray Diffraction*, Third Edition, Massachusetts : Addison Wesley Publishing Company Inc.London, 2001: 385-402.
7. Stephenson, Robert L., Ralph M.Smailer, *Direct Reduction Iron: Technology and Economic Use*, *The Iron & Steel of AIME* , 1980, p.9-10.
8. Cullity, B.D., 1972, *Introduction to Magnetic Materials*. Addison Wesley Publishing Company, philippines.
9. Jiles, David. 1991, *Introduction to Magnetism and Magnetic Material*. First edition. Chapman&Hall USA.
10. Dong kim, Si and Sik kim, Jung, *Journal of Magnetism and Magnetic Materials* **307**, 295-300, (2006).



LAMPIRAN 1

DATA-DATA ICDD – PCPDFWIN

PDF # 331340 . Wavelength= 1.540598 (Å)

33-1340 Quality: "
CAS Number: 12023-91-5

Sr Fe12 019
Strontium Iron Oxide

Molecular Weight: 1061.77
Volume[CD]: 691.3B
Ox: 5.100 Om:

Ref: Natl. Bur. Stand. I.U.S.I Monogr. 25. 1B. 69 119B11

S.G.: P63/mmc [194]

Cell Parameters:

a 5.886 b c 23.03

V /FOM: $F_30=5B[.0Y(02.51)$

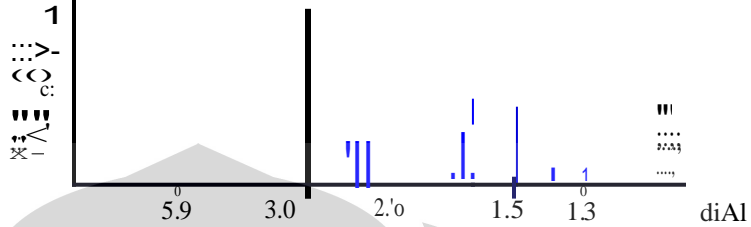
l/cor:

Rad: CuK α 1

Lambda: 1.54059B

Filter:

d-sp: diffractometer

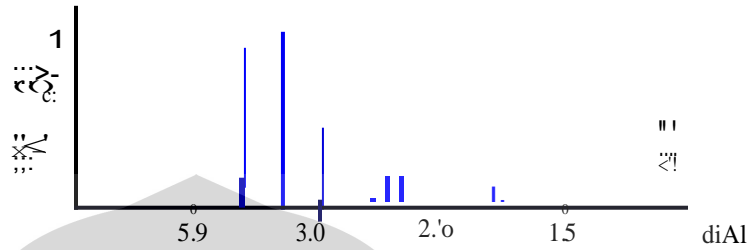


d[Å]	Int-f	h	k	l	d[Å]	Int-f	h	k	l	d[Å]	Int-f	h	k	l
11.490	<1	0	0	2	1.9376	5	1	0	11	1.4264	<1	2	2	4
5.7530	2	0	0	4	1.8145	2	1	1	10	1.4180	3	2	1	11
4.6650	6	1	0	2	1.8061	3	2	0	9	1.3823	12	2	0	14
4.2490	3	1	0	3	1.7962	2	1	0	12	1.3743	1	2	2	6
3.8390	10	0	0	6	1.7221	2	2	1	6	1.359B	1	2	1	12
3.0700	4	1	0	6	1.7090	6	2	0	10	1.3100	6	2	2	B
2.9450	42	1	1	0	1.6993	B	3	0	0	1.3100	6	1	0	17
2.8780	21	0	0	B	1.6629	33	2	1	7	1.2990	12	3	1	7
2.7650	95	1	0	7	1.6454	10	0	0	14	1.2935	2	1	1	16
2.6210	100	1	1	4	1.6296	22	3	0	4	1.2797	<1	0	0	1B
2.5500	13	2	0	0	1.6182	4B	2	0	11	1.2723	4	4	0	1
2.5340	14	2	0	1	1.6079	5	1	1	12	1.2723	4	3	0	12
2.5080	15	1	0	B	1.6015	10	2	1	B	1.2691	4	3	1	B
2.4900	4	2	0	2	1.5667	1	1	0	14	1.2572	4	4	0	3
2.4200	47	2	0	3	1.553B	2	3	0	6	1.2415	4	1	0	1B
2.3360	7	1	1	6	1.5387	<1	2	1	9	1.2095	<1	4	0	6
2.3040	<1	0	0	10	1.5330	6	2	0	12	1.2009	<1	2	1	15
2.2320	32	2	0	5	1.4715	44	2	2	0	1.1966	<1	2	0	17
2.1240	21	2	0	6	1.4550	4	2	0	13	1.173B	4	1	1	1B
2.0159	2	2	0	7	1.439B	2	0	0	16	1.1519	1	0	0	20



32-0285 Quality:"
 CAS Number: 1333-82-0
 Molecular Weight: 99.99
 Volume[CD]: 235.93
 Ox: 2.815 Om:
 S.G.: Ama2 [40]
 Cell Parameters:
 a 5.749 b 8.556 c 4.796
 ρ

CrO3
Chromium Oxide
 Ref. Natl. Bur. Stand. U.S. Monogr. 25.17.25119801



US/FOM; F30=53[.0]78. 32)
 I/lor: 1.41
 Rad: CuKα1
 Lambda: 1.540598
 Filter:
 d-sp:

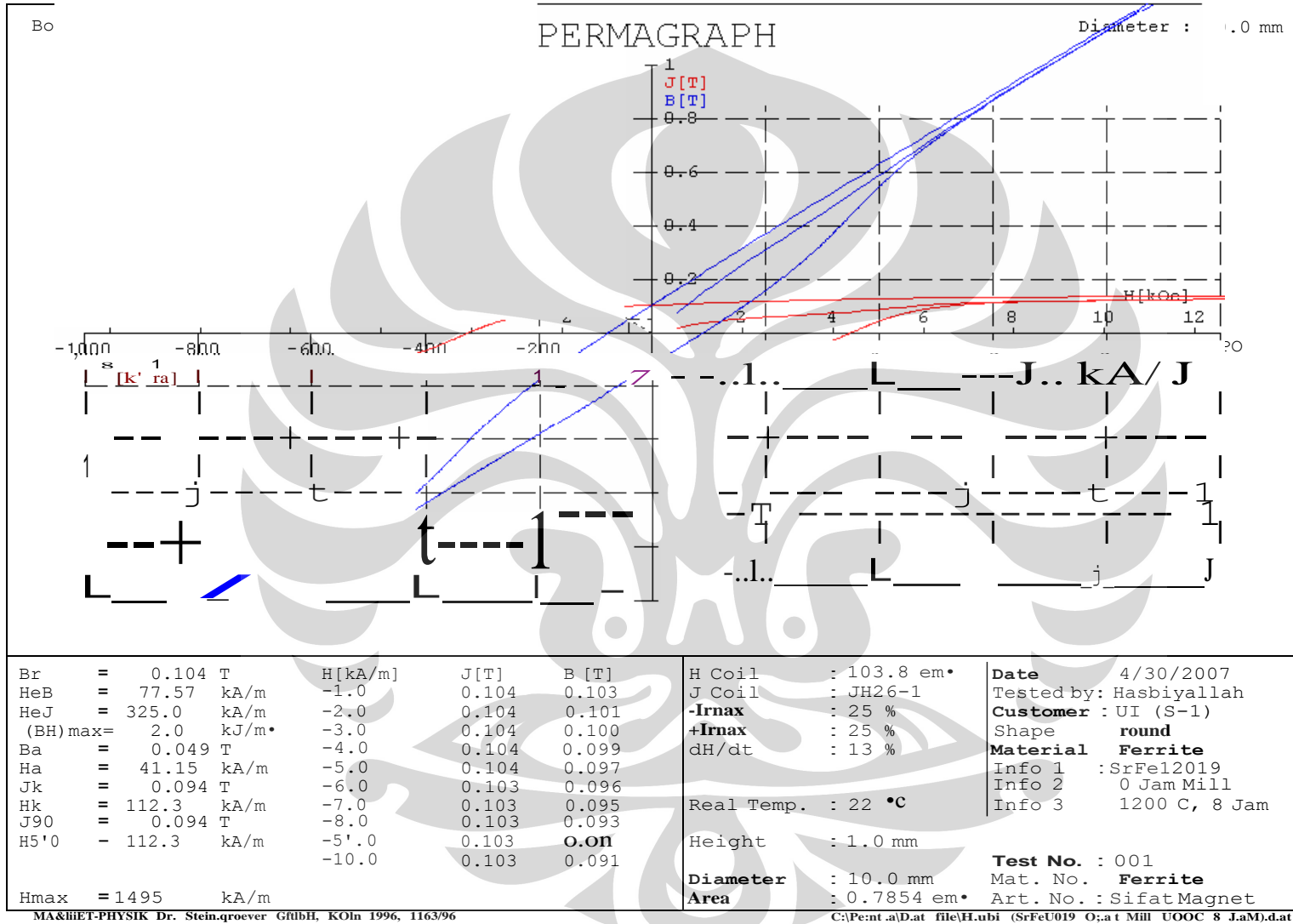
d(Å)	Int-I	h	k	l	d(Å)	Int-I	h	k	l	d(Å)	Int-I	h	k	l
4.2800	20	0	2	0	1.9658	10	1	2	2	1.5159	4	1	1	3
4.1900	90	0	1	1	1.8657	2	2	3	1	1.5097	4	3	3	1
3.4350	100	1	2	0	1.8424	5	2	0	2	1.4366	6	4	0	0
3.3830	65	1	1	1	1.7491	10	3	2	0	1.4262	3	0	6	0
2.8740	45	2	0	0	1.7435	12	3	1	1	1.4124	4	3	2	2
2.4540	4	0	3	1	1.7167	5	2	4	0	1.4062	6	2	5	1
2.3980	18	0	0	2	1.6921	3	2	2	2	1.3956	3	2	4	2
2.3700	18	2	1	1	1.6112	3	0	5	1	1.3795	5	2	1	3
2.2550	18	1	3	1	1.5954	2	0	4	2	1.3555	6	1	3	3
2.1390	2	0	4	0	1.5706	3	0	1	3	1.2773	2	2	6	0
2.0910	2	0	2	2	1.5512	1	1	5	1					
2.0060	8	1	4	0	1.5380	2	1	4	2					



LAMPIRAN 2

KURVA HISTERISIS OUTPUT

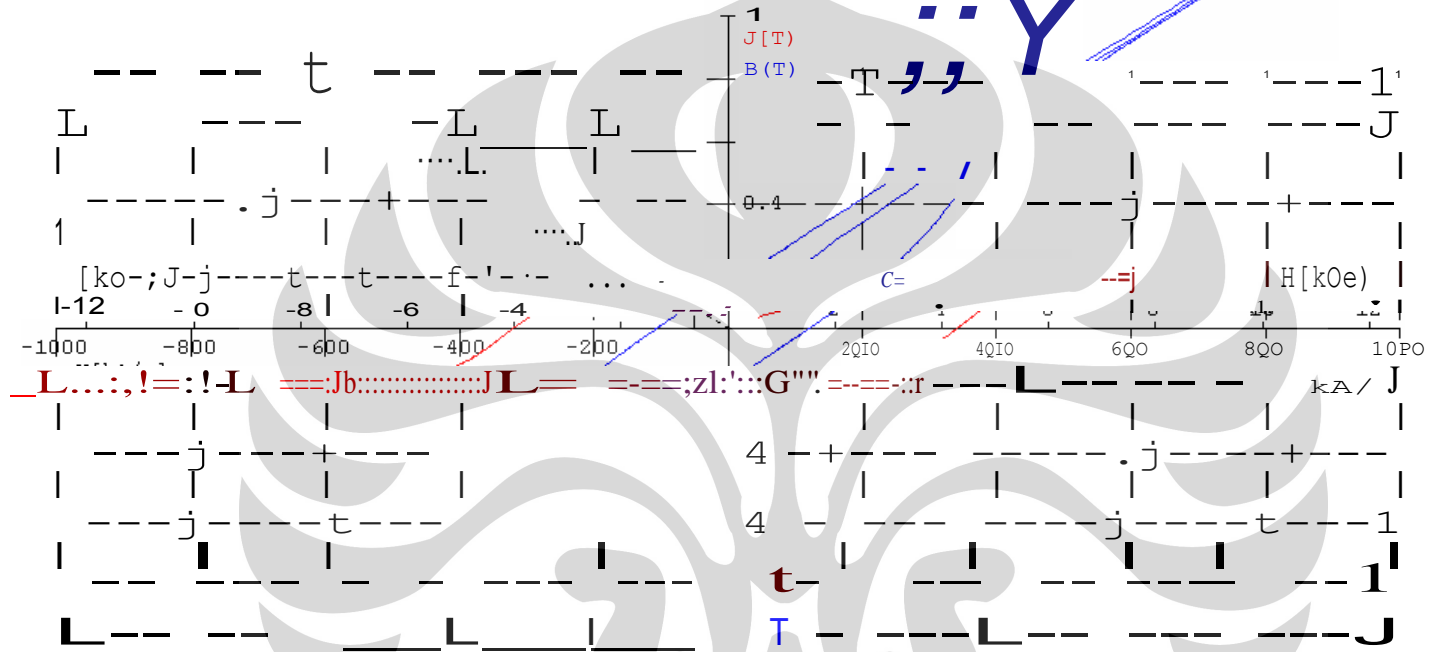
PERMAGRAPH



Bonded MQ-2

PERMAGRAPH

Diameter 20.0 mm



Br = 0.145 T	H[kA/m]	J[T]	B [T]	H Coil	103.8 em•	Date	: 4/30/2007
HeB = 104.6 kA/m	-1.0	0.145	0.144	J Coil	JH26-1	Tested by:	Hasbi
HeJ = 320.3 kA/m	-2.0	0.145	0.143	-Imax	50 %	Customer	UI (S-1)
(BH)max= 3.8 kJ/m•	-3.0	0.145	0.141	+Imax	50 %	Shape	: round
Ba = 0.073 T	-4.0	0.145	0.140	dH/dt	10 %	Material	: Ferrite
Ha = 52.66 kA/m	-5.0	0.145	0.138	Real Temp.	22 °C	Info 1	Ferrite 5j mil
Jk = 0.131 T	-6.0	0.145	0.137	Height	1.0 mm	Info 2	: SrFe12019
Hk = 109.2 kA/m	-7.0	0.145	0.136	Diameter	10.0 mm	Info 3	: Isotrop
J90 = 0.131 T	-8.0	0.144	0.134	Area	0.7854 em•	Test No.	: 001
H90 = 109.2 kA/m	-9.0	0.144	0.133			Mat. No.	: Ferrite
	-10.0	0.144	0.132			Art. No.	: Sifat Magnet
Hmax = 1494 kA/m							

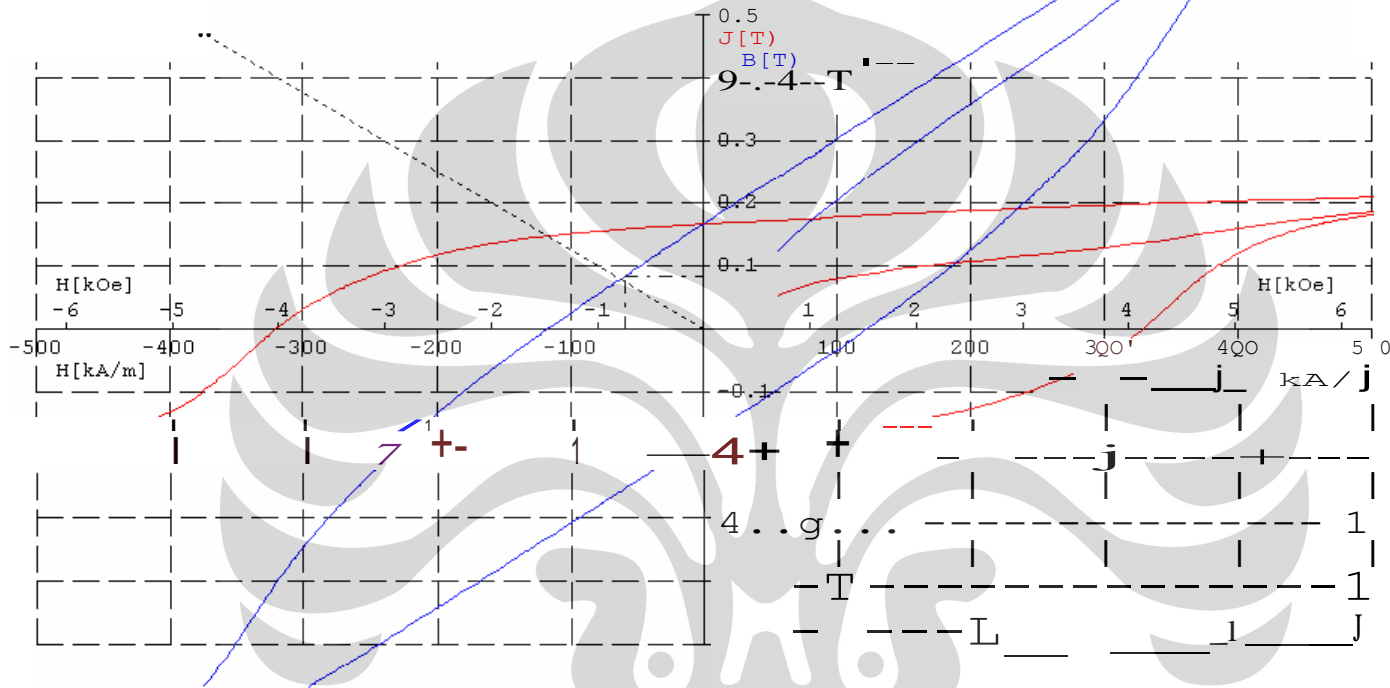
MA&MET-PHYSIK Dr. Stein.groever GRibH, KOIn 1996, 1163/96

C:\Pent.a\D.at file\H.nbi (SrFe 2019 S;.at Mill UOOC 8 JaM).dat

Bonded MQ-2

PERMAGRAPH

Diameter : 20.0 mm



Br	=	0.165	T	H [kA/m]	J [T]	B [T]
HeB	=	116.7	kA/m	-1.0	0.165	0.164
HeJ	=	319.5	kA/m	-2.0	0.165	0.163
(BH)max	=	4.9	kJ/m ³	-3.0	0.165	0.161
Ba	=	0.083	T	-4.0	0.165	0.160
Ha	=	59.59	kA/m	-5.0	0.165	0.159
Jk	=	0.149	T	-6.0	0.165	0.157
Hk	=	107.5	kA/m	-7.0	0.165	0.156
J90	=	0.149	T	-8.0	0.164	0.154
H90	=	107.5	kA/m	-9.0	0.164	0.153
				-10.0	0.164	0.152

Hmax = 1494 kA/m

H Coil : 103.8 em•
 J Coil : JH26-1
 -Imax : 50 %
 +Imax : 50 %
 dH/dt : 10 %

Real Temp. : 22 °C

Height : 1.0 mm

Diameter : 10.0 mm

Area : 0.7854 em•

Date : 4/30/2007

Tested by: Hasbi

Customer : UI (S-1)

Shape : round

Material : Ferrite

Info 1 : Ferrite

Info 2 : SrFe12019

Info 3 : Isotrop

Test No. : 001

Mat. No. : Ferrite

Art. No. : SifatMagnet



LAMPIRAN 3

HASIL XRF

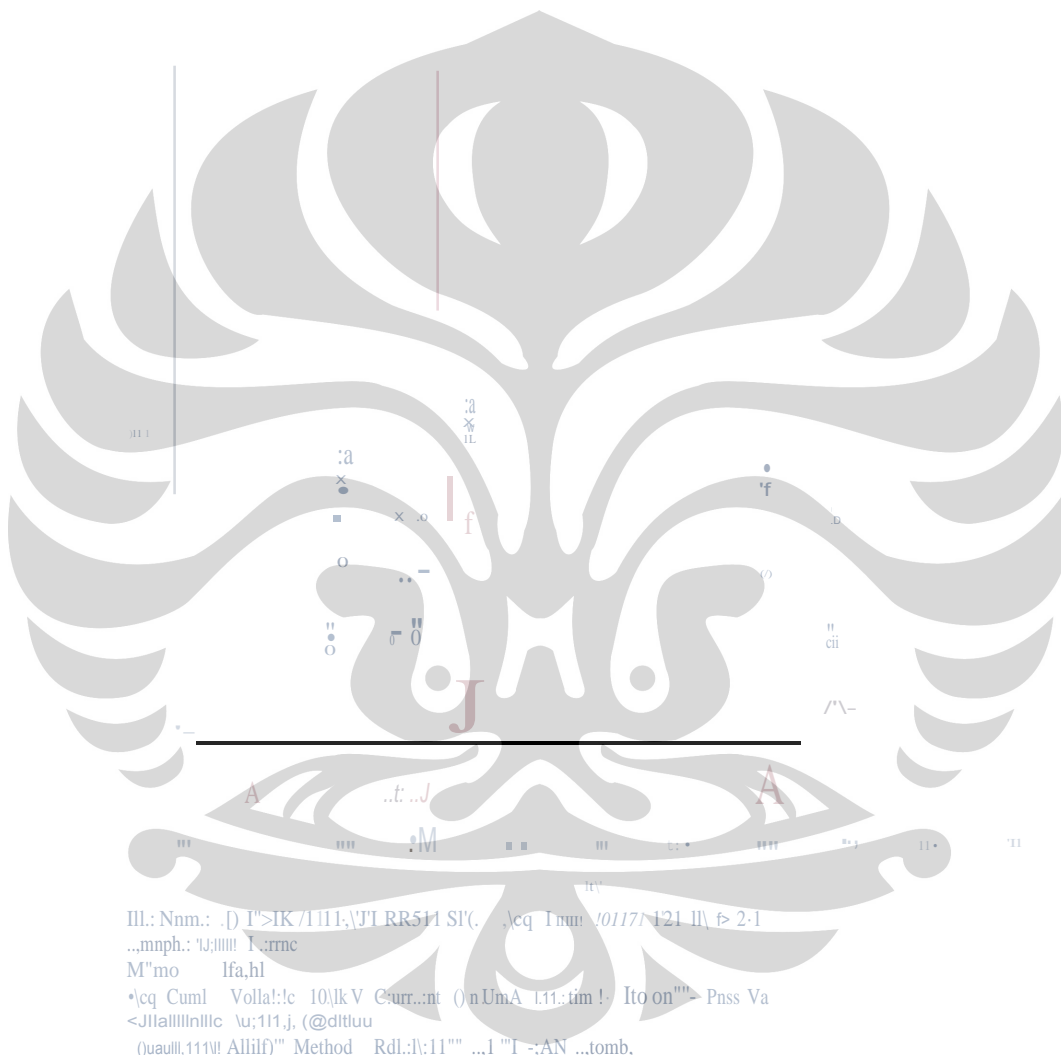
HRRIII {hml<l



Ik Num .IH \I R/III'AH RR511 ,w/ Acq lunc. IKI? 11 IX <* 24
\\1111le N*mc I emit.:
\k111n Jfa,bl
A.-1 I nnJ Vulla c- IWI.' t'uncut 111112m\ inc tunc- IIII N,.... 'a''a':
D)wmiJtah<c """"""(,JJhnd
D)umlllali<c ?u111 ""ktho,J Rd'crenc.: \I \V.V.'\lam'""

Anal"" 11emelll Cn.fr.f.c.1

11111	11111	11em h*nnula	W(u0)	atmuk)	-ra1111	Intc rat1n1	Viamlard de
1	!O	!a	ll. tW(()< iis	11 tMI /111	1r.!	ct !tti1
24	tr		1 113112	1 115111	11111!J.J.W	3837	111251
1	2r.	!"	X5%80	1!JX 1h	11h'J17.:((t)151	1110
X	r		125111	11 <513	11 1111(f) CI	1J5U	U'9:11



Ill.: Nnm.: .() I">IK /I I I I:,\JT RR5+1 S'(. .)cq Tmm: /0117/ 121 Il\ f> 2-1
 ..mnpb.: 'U;III! I:rrnc
 M"mo lfa,hl
 *cq Cuml Volla!:c 10\kV C:urr.:nt ()nUma l:1:im !- Ito on""- Pnss Va
 <JIallIIIlllc \u;111.j, @dluu
 (Juaull,111V! Allilf)" Method Rdl:l\;11"" ..,1 ""I -;AN ..,tomb,

Analysis Element: Ca,Cr,Fe,Sr

:\JUII	*t>I I I (hem I I > mJula	u1(°u)	at hwl ..(';.)	K-rallu	lnto.:grallnl	...laudani d.:1
1	20 (uO	11.t1J15	I 31 I	Udl151)111'i	c,2'	02to2b
2	2t tr203	1.1211	11111	1Uli3W.W	3! 7	11.1170
3	2h 1.:20\	III\ 150\	112 76<JX	()<19273118	111311 1	02J:17
	.X -:ro	III 22J7	fUW11	U.II00730	14511	0.4!129