

Pengaruh temperatur *sintering* terhadap struktur dan sifat magnetik La^{3+} - barium nanoferrit sebagai penyerap gelombang mikro

Siti Uswatun Hasanah, Wahyu Widanarto* dan Sunardi, Mukhtar Effendi

Jurusan Fisika, Universitas Jenderal Soedirman, Purwokerto

Jl. Dr. Soeparno No. 61 Purwokerto 53123, Jawa Tengah

*Email: wahyu.widanarto@unsoed.ac.id

ABSTRACT

Series of La^{3+} -barium nanoferrites were synthesized through the modified solid-state reaction method without sintering and with sintering at various temperatures of 600, 800 and 1000 °C. Effect of sintering temperature on composition, structure, crystallite size, magnetic properties, and microwave absorbing capability of La^{3+} -barium nanoferrites was characterized using XRD, VSM, and VNA, respectively. The characterization results reveal that the sintered La^{3+} -barium nanoferrite at 600 °C has the excellent microwave absorbing capability with an average value of reflection loss -16,22 dB at 10,86 GHz. It consists of three crystal phases, i.e., $\text{BaLa}_2\text{Fe}_2\text{O}_7$, $\text{BaFe}_{11.9}\text{O}_{19}$, and $\text{Fe}_{21.33}\text{O}_{32}$ with small H_c value of 231.65 Tesla. It is proved that sintering temperature significantly influences on La^{3+} -barium ferrite as microwave absorber.

Keywords: Barium Ferrite, Lanthanum, Sol-Gel, Solid-State, Microwave

ABSTRAK

Seri La^{3+} -barium nanoferrit telah dibuat melalui metode *solid-state reaction* termodifikasi tanpa sintering dan dengan sintering pada temperatur 600, 800 dan 1000 °C. Pengaruh temperatur sintering terhadap komposisi, struktur, ukuran kristal, sifat magnetik dan kemampuan menyerap gelombang mikro dari La^{3+} -barium nanoferrit dikarakterisasi masing-masing menggunakan XRD, VSM dan VNA. Hasil karakterisasi menunjukkan bahwa La^{3+} -barium nanoferrit yang di-sintering pada 600 °C mempunyai kemampuan menyerap gelombang mikro yang paling baik, dengan rata-rata nilai *reflection loss* sebesar -16,2165 dB pada frekuensi 10,86 GHz. Ferrit terdiri dari tiga fasa kristal yaitu $\text{BaLa}_2\text{Fe}_2\text{O}_7$, $\text{BaFe}_{11.9}\text{O}_{19}$, dan $\text{Fe}_{21.33}\text{O}_{32}$ dengan nilai H_c yang rendah 231,65 Tesla. Hal ini menunjukkan bahwa temperatur *sintering* sangat berpengaruh terhadap La^{3+} -barium ferrit sebagai penyerap gelombang mikro.

Kata kunci: Barium Ferrit, Lantanum, *Sol-Gel*, *Solid-State*, Gelombang Mikro

PENDAHULUAN

Gelombang mikro dapat mentransmisikan sinyal berkecepatan tinggi. Transmisi gelombang mikro mencakup pengiriman sinyal dari satu stasiun gelombang mikro ke stasiun lainnya. Beberapa peralatan yang menggunakan teknologi gelombang mikro antara lain radar, *microwave oven*, dan *wifi*. Banyaknya penggunaan alat elektronik yang menggunakan teknologi gelombang mikro menyebabkan banyaknya paparan radiasi gelombang mikro di sekitar alat tersebut. Bahan yang tidak mampu menyerap paparan gelombang mikro akan mudah mengalami gangguan hingga kerusakan pada sistem. Efek samping gelombang mikro yang membahayakan tubuh manusia dibedakan menjadi efek thermal dan non-thermal. Efek thermal atau hipertemia membahayakan mata dan testis. Pada efek non-thermal yang ditemukan pada pekerja yang terpapar gelombang mikro adalah peningkatan kelelahan, iritasi parah, sakit kepala, dan lain-lain^[1]. Untuk mengatasi

efek samping gelombang mikro, maka dibutuhkan suatu material yang dapat menyerap paparan gelombang mikro.

Material magnetik dengan nilai magnetisasi saturasi (M_s) dan medan koersivitas (H_c) yang rendah dapat digunakan untuk menyerap gelombang mikro dalam frekuensi GHz. Barium ferit merupakan salah satu material magnetik kuat dengan nilai M_s dan H_c yang tinggi [2]. Hasil penelitian sebelumnya menunjukkan bahwa material magnetik yang menggunakan barium ferit tipe-M mempunyai kemampuan menyerap gelombang mikro lebih baik dibandingkan dengan material magnetik tanpa barium ferit tipe-M [3,4]. Barium ferit akan semakin baik untuk menyerap gelombang mikro jika nilai M_s dan H_c rendah. Hal ini dapat dilakukan dengan cara menggabungkan ion-ion trivalent La^{3+} dalam sistem barium ferit [5].

Berdasarkan hal tersebut, sebuah material magnetik La^{3+} -barium nanoforit dibuat dengan metode *solid-state reaction* termodifikasi pada temperatur 600, 800, dan 1000 °C. Metode ini merupakan gabungan dari metode *sol-gel* dan *solid-state reaction* yang digunakan untuk mendapatkan fasa tunggal dengan ukuran kristal dalam orde nano dan sifat magnetik yang diinginkan serta hemat energi.

METODE

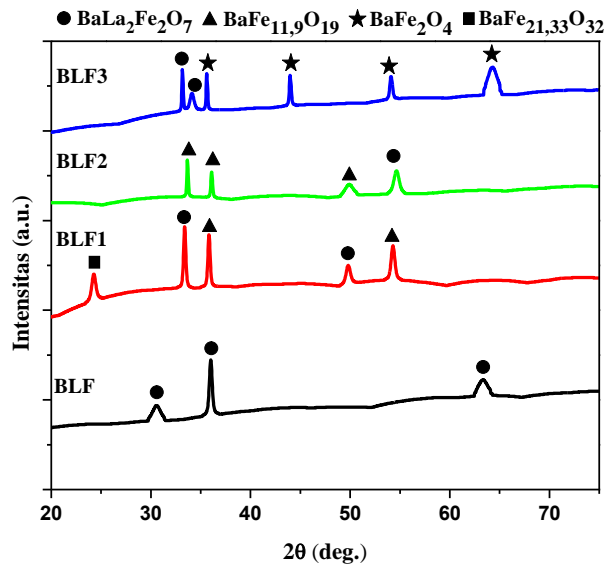
Pembuatan La^{3+} -barium nanoforit telah disintesis menggunakan metode *modified solid state reaction*. Pasir besi sebagai material utama pembentuk ferit dilarutkan dalam $\text{C}_2\text{H}_2\text{O}_4$, dan HNO_3 selama satu jam untuk mendapatkan nitrat ferit. Kemudian, $(\text{Ba}(\text{NO}_3)_2)$, $((\text{La}(\text{NO}_3)_2)6\text{H}_2\text{O})$, PEG, dan etanol ditambahkan dalam nitrat ferit secara bertahap sambil diaduk menggunakan *stirrer* magnetik membentuk sebuah material magnetik campuran baru. Selanjutnya, material campuran tersebut dikalsinasi pada temperatur 350 °C selama 2 jam sehingga terbentuk serbuk. Serbuk dimampatkan membentuk sebuah pelet dengan ukuran diameter 10 mm dan tebal 1,5 mm dan diberikan perlakuan panas *pre-sintering* pada temperatur 450 °C selama 5 jam. Sebagian pelet-pelet diberikan perlakuan panas kembali (*sintering*) dengan variasi temperatur (tanpa *sintering*, 600, 800, dan 1000 °C) dan diberi label masing-masing BLF, BLF1, BLF2 dan BLF3. Tahap terakhir dari eksperimen ini adalah menguji sampel dengan *X-ray Diffraction* (XRD – Philips PW1710) dengan radiasi $\text{Cu-K}\alpha$ ($\lambda=1,5406 \text{ \AA}$), *Vibrating Sample Magnetometer* (VSM – Oxford 1.2H), dan *Vector Network Analyzer* (VNA – Advatest-R3370) masing-masing untuk menentukan komposisi, struktur, sifat magnetik dan *reflection loss* dari material magnetik yang diperoleh.

HASIL DAN PEMBAHASAN

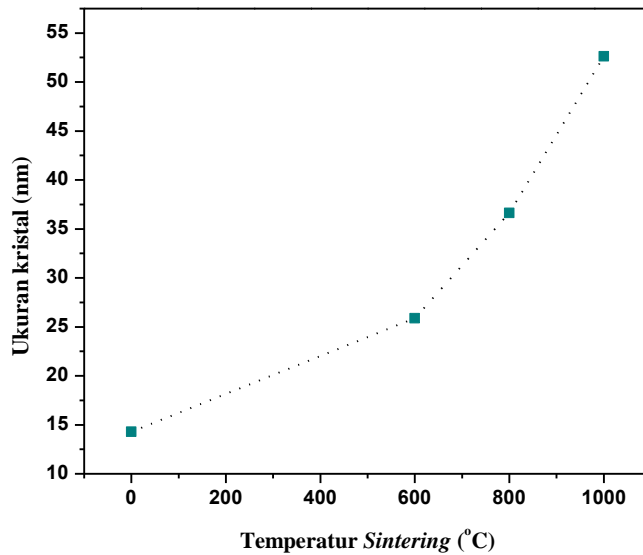
Pola difraksi dari BLF (tanpa *sintering*) didominasi puncak-puncak difraksi $\text{BaLa}_2\text{Fe}_2\text{O}_7$ (ICDD: 01-072-1743) dengan sistem kristal tetragonal sebagai fasa tunggal. Hal ini menunjukkan bahwa bahan telah tercampur secara homogen.

Pada temperatur *sintering* 600 °C seperti yang terlihat pada sampel BLF1 pada Gambar 1, puncak-puncak difraksi baru yaitu $\text{BaLa}_2\text{Fe}_2\text{O}_7$ (ICDD: 01-072-1743), $\text{BaFe}_{11,9}\text{O}_{19}$ (ICDD: 01-079-1742), dan $\text{Fe}_{21,33}\text{O}_{32}$ (ICDD: 01-076-1470) masing-masing dengan sistem kristal tetragonal, hexagonal dan tetragonal, sehingga material bukan lagi fasa tunggal melainkan sebuah komposit. Proses *sintering* menyebabkan perubahan-perubahan struktur material dan juga menambah jumlah puncak pada pola difraksi. Fasa kristal $\text{BaLa}_2\text{Fe}_2\text{O}_7$ mempunyai puncak tertinggi pada sudut 2θ yaitu $33,3647^\circ$. Pola difraksi BLF2 dengan temperatur *sintering* 800 °C, terdapat dua fasa kristal yaitu $\text{BaLa}_2\text{Fe}_2\text{O}_7$ dan $\text{BaFe}_{11,9}\text{O}_{19}$, tidak ada penambahan fasa kristal pada BLF2, namun karena

terdapat dua fasa kristal maka sampel BLF2 bukan termasuk *single* fasa. Fasa kristal $BaFe_{11,9}O_{19}$ mempunyai puncak tertinggi pada sudut 2θ yaitu $33,6516^\circ$. $BaLa_2Fe_2O_7$ tidak menjadi fasa yang dominan, namun justru fasa $BaFe_{11,9}O_{19}$ yang menjadi dominan. Pola difraksi BLF3 dengan temperatur *sintering* $1000^\circ C$, terdapat dua fasa kristal, yaitu $BaLa_2Fe_2O_7$ dan satu fasa kristal baru $BaFe_2O_4$ (ICDD: 01-070-2468) dengan sistem kristal orthorombic. Fasa kristal $BaLa_2Fe_2O_7$ mempunyai puncak tertinggi pada sudut 2θ yaitu $33,1505^\circ$. Fasa $BaFe_{11,9}O_{19}$ pada temperatur *sintering* $1000^\circ C$ sudah tidak terbentuk lagi. Hal ini disebabkan karena semakin tinggi temperatur saat proses *sintering* maka Fe akan semakin bereaksi. Pencampuran bahan menyebabkan terjadinya penyimpangan pada titik lelehnya, penyimpangan itu berupa penurunan titik leleh, sehingga pada temperatur $1000^\circ C$, jumlah Fe berkurang dibandingkan pada temperatur sebelumnya.

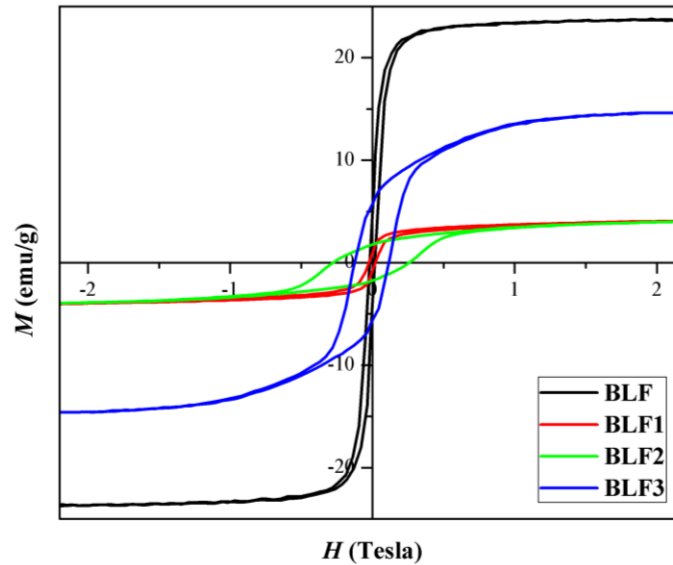


Gambar 1. (Colour online) Pola XRD dari La^{3+} - barium nanoforit tanpa dan dengan proses *sintering*



Gambar 2. (Colour online) Ukuran kristal La^{3+} - barium nanoforit tanpa dan dengan proses *sintering*

Gambar 2 menggambarkan perubahan ukuran kristal yang hitung menggunakan persamaan *Debye-Scherrer* akibat proses *sintering* pada temperatur yang berbeda. BLF mempunyai rata-rata ukuran kristal terkecil yaitu 14,29 nm, BLF1~25,87 nm, BLF2~36,63 nm, dan BLF3~52,63 nm. Rata-rata ukuran kristal meningkat dengan meningkatnya temperatur *sintering* karena adanya proses difusi antara partikel-partikel tetangga terdekat serta reaksi inti antara atom-atom penyusunnya.



Gambar 3. (Colour online) Kurva histeris magnetik La^{3+} - barium nanoferrit

Gambar 3 menunjukkan kurva histeris magnetik yang merupakan indikator sifat magnetik material. BLF, BLF1, dan BLF3 mempunyai bentuk kurva yang ramping, sedangkan BLF2 mempunyai bentuk kurva yang sebaliknya. Kurva yang ramping menandakan bahwa material tersebut bersifat *soft magnetic* karena mempunyai nilai H_c yang kecil. Nilai H_c dipengaruhi oleh besarnya ukuran kristal. Nilai H_c meningkat dengan meningkatnya ukuran kristal. Pada ukuran kristal yang kecil terjadi penurunan energi anisotropi, namun hal ini hanya berlaku untuk partikel di bawah 40 nm^[6].

BLF2 mendekati *hard magnetic* (magnet kuat), dimana kurva histerisis yang terbentuk tidak ramping dengan nilai H_c yang besar akibat dominasi fasa kristal barium ferit dalam material. Pada BLF3, M_r mengalami kenaikan sedangkan H_c mengalami penurunan karena proses *sintering* pada temperatur 1000 – 1300 °C dapat meningkatkan nilai M_r , menurunkan nilai H_c ^[7] akibat perubahan yang signifikan pada ukuran maupun fasa kristal dari material. Nilai parameter magnetik dapat dilihat pada Tabel 1.

Tabel 1. Nilai parameter magnetik La^{3+} -barium nanoferrit

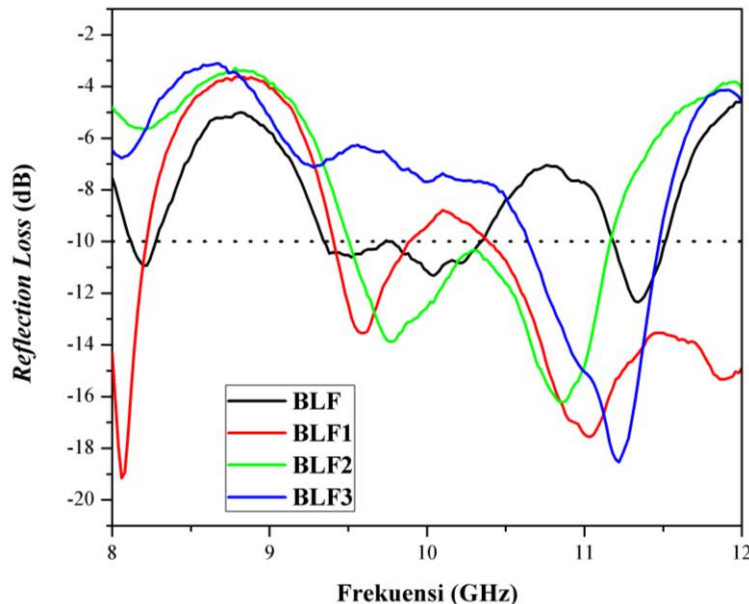
Sampel	M_s (emu/g)	M_r (emu/g)	H_c (Tesla)
BLF	23,80	4,45	177,08
BLF1	4,09	0,87	231,65
BLF2	4,01	1,71	2.692
BLF3	14 6	5,63	1.205

Sifat magnetik bahan dipengaruhi oleh beberapa hal seperti nilai suseptibilitas dan permeabilitas. Keempat sampel La^{3+} -barium nanoforit mempunyai sifat paramagnetik. Bahan paramagnetik mempunyai $\mu_r \geq 1$ dan $\chi_m > 0$ [8], pada **Tabel 2**, dapat dilihat bahwa semua sampel mempunyai nilai $\mu_r \geq 1$ dan $\chi_m > 0$.

Tabel 2. Nilai suseptibilitas dan permeabilitas La^{3+} -barium nanoforit

Sampel	H_{maks} (kA/m)	χ_m (m^3/kg)	μ_r (m^3/kg)
BLF	1786	1,33259E-05	1,000013326
BLF1	1789	2,28619E-06	1,000002286
BLF2	1801	2,22654E-06	1,000002227
BLF3	1788	8,16555E-06	1,000008166

Gambar 4 merepresentasikan *reflection loss* gelombang mikro dari La^{3+} -barium ferit. Ke-empat sampel memiliki *reflection loss* gelombang mikro di bawah -10 dB. Material dengan *reflection loss* kurang dari -10 dB mengindikasikan bahwa material tersebut mampu menyerap gelombang mikro hingga 90%. Nilai penyerapan keempat sampel bervariasi akibat temperatur *sintering* yang berbeda. Pada sampel BLF menyerap gelombang mikro tertinggi dengan nilai R_L -12,40 dB pada frekuensi 11,32 GHz. BLF1 mempunyai penyerapan tertinggi dengan nilai R_L -19,16 dB pada frekuensi 8,06 GHz. BLF2 mempunyai penyerapan tertinggi dengan nilai R_L -16,22 dB pada frekuensi 10,86 GHz, sedangkan BLF 3 mempunyai penyerapan tertinggi dengan nilai R_L -18,5394 dB pada frekuensi 11,22 GHz. Hal ini membuktikan bahwa temperatur *sintering* mempunyai pengaruh yang signifikan terhadap pergeseran frekuensi gelombang mikro yang diserap.



Gambar 4. (Colour online) Reflection loss sebagai fungsi frekuensi dari La^{3+} -barium nanoforit

KESIMPULAN

Seri La³⁺-barium nanoferrit telah dibuat dengan metode *solid-state reaction* pada temperatur sintering yang berbeda. Perubahan temperatur sintering menyebabkan perubahan struktur, komposisi, sifat magnetik dan *reflection loss* gelombang mikro dari La³⁺-barium nanoferrit. Sampel BLF1 mempunyai performa yang lebih baik dibandingkan dengan tiga sampel yang lain dalam menyerap gelombang mikro. Penyerapan terbaik dari BLF1 terjadi pada frekuensi 8,06 GHz dengan nilai R_L -19,16 dB dan *bandwidth* 0,23 GHz.

UCAPAN TERIMAKASIH

Penulis mengucapkan terima kasih kepada Universitas Jenderal Soedirman dan KEMENRISTEKDIKTI sebagai penyandang dana melalui HIKOM 2017 (4962/UN23.14/PN/2017).

DAFTAR PUSTAKA

- 1 Cember, H. & Thomas J. E. 2009. Introduction to Health Physics. Fourth Edition. The United States. The McGraw Hill Companies.
- 2 Widanarto, W., Jandra, M., Ghoshal, S. K., Effendi, M., & Cahyanto, W. T. 2015. BaCO₃ mediated modifications in structural and magnetic properties of natural nanoferrites. *Journal of Physics and Chemistry of Solids*, 79, 78-81.
- 3 Dong, C., Wang, X., Zhou, P., Liu, T., Xie, J. & Deng, L. 2014. Microwave magnetic and absorption properties of M-type ferrite BaCo_xTi_xFe_{12-2x}O₁₉ in the Ka-band. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 354, 340-344.
- 4 Chang, S., Kangning, S., Pengfei, C. 2012. Microwave absorption properties of Ce-substituted M-type barium ferrite. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 324 (5), 802-805.
- 5 Widanarto, W., Amirudin, F., Ghoshal, S. K., Effendi, M. & Cahyanto, W. T. 2017. Structural and magnetic properties of La³⁺ substituted barium-natural nanoferrites as microwave absorber in X-band. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 426, 483-486.
- 6 Pauzan, M., Kato, T., Iwata, S., & Suharyadi, E. 2013. Pengaruh Ukuran Butir dan Struktur Kristal Terhadap Sifat Kemagnetan pada Nanopartikel Magnet (Fe₃O₄). Prosiding Pertemuan Ilmiah XXVII HFI Jateng dan DIY. pp. 24-28.
- 7 Hasbiyallah. 2007. Pengaruh Milling dan Pemanasan Strontium Ferrite. *Skripsi*. Program Studi Fisika, Universitas Indonesia, Depok.
- 8 Chen, Wai-Kai. 2005. *The Electrical Engineering Handbook*. London: Elsevier Academic Press.