# SINTESIS DAN KARAKTERISASI *MULTILAYER* BaFe<sub>10</sub>CoNiO<sub>19</sub> DENGAN METODE *ULTRASONIC SPRAY PYROLYSIS*

## SKRIPSI

Disusun untuk melengkapi syarat untuk memperoleh gelar Sarjana Sains



Intan Ayu Rembulan

3225122062

## PROGRAM STUDI FISIKA

## JURUSAN FISIKA

### FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM

UNIVERSITAS NEGERI JAKARTA

2017

# PERSETUJUAN PANITIA UJIAN SKRIPSI

## SINTESIS DAN KARAKTERISASI MULTILAYER BaFe10CoNiO19 DENGAN METODE ULTRASONIC SPRAY PYROLYSIS

Nama No. Reg.

Nama

: Intan Ayu Rembulan : 3225122062

da Jangan

20

luci

Tanggal

7/02/2017

16/02/2017

16/02/2017

16/02/17

10/02/17

16/02/17

Penanggungjawab

Dekan

:Prof. Dr. Suyono, M.Si NIP. 196712181993031005

Wakil Penanggung Jawab

Pembantu Dekan I :Dr. Muktiningsih, M.Si NIP. 196405111989032001

Ketua

:Dr. Mangasi Alion M, M.Si NIP. 195711231987031002

Sekretaris

: Dr. Anggara Budi S, M.Si NIP. 196010011992031001

Anggota

Pembimbing I

: Dr. Erfan Handoko, M.Si NIP. 197302012003121002

Pembimbing II

: Dr. Iwan Sugihartono, M.Si NIP. 197910102008011018

16/02/2017

Penguji

: Prof. Dr. Agus Setyo B, M.Sc ( NIP. 196304261988031002

Dinyatakan lulus ujian skripsi tanggal: 3 Februari 2017

## SURAT PERNYATAAN KEASLIAN SKRIPSI

Dengan ini, saya yang bertandatangan di bawah ini, mahasiswa Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Negeri Jakarta:

Nama	: Intan Ayu Rembulan	
No. Reg	: 3225122062	

Program Studi : Fisika

Menyatakan bahwa skripsi yang saya buat dengan judul "SINTESIS DAN KARAKTERISASI MULTILAYER BaFe10CoNIO19 DENGAN METODE ULTRASONIC SPRAY PYROLYSIS", adalah:

- Dibuat dan diselesaikan oleh saya sendiri, berdasarkan data yang diperoleh dari hasil penelitian pada bulan Agustus 2016 – Januari 2017.
- Bukan merupakan duplikat skripsi yang pernah dibuat oleh orang lain atau jiplakan karya tulis orang lain dan bukan terjemahan karya tulis orang lain.

Pernyataan ini saya buat dengan sesungguhnya dan saya bersedia menanggung segala akibat yang timbul jika pernyataan saya ini tidak benar.

Jakarta, Februari 2017 Yang membuat pernyataan

Intan Ayu Rembulan

Karya ini saya persembahkan untuk: Ibu saya, Asniwati Ayah saya, Risman Idris Adik saya, Lola Ayu dan seluruh keluarga besar saya yang telah memberikan dukungan baik moril maupun materiil

"Smile, even if your heart is dripping blood" -Imam Ali (AS)-

"Be like the flower that gives its fragrance to even the hand that crushes it" -Ali Ibn Abi Thalib-

### ABSTRAK

**Intan Ayu Rembulan**. Sintesis dan Karakterisasi *Multilayer* BaFe<sub>10</sub>CoNiO<sub>19</sub> dengan Metode *Ultrasonic Spray Pyrolysis*. Skripsi. Jakarta: Program Studi Fisika, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam. Universitas Negeri Jakarta. 2017.

Telah disintesis material magnet barium heksaferit tipe-M dengan substitusi ion Co-Ni terhadap Fe, BaFe<sub>12-2x</sub>Co<sub>x</sub>Ni<sub>x</sub>O<sub>19</sub> (x = 1). Material barium heksaferit disintesis di atas substrat melalui metode *Ultrasonic Spray Pyrolysis* yang dibuat dengan variasi jumlah lapisan 1, 2 dan 3. Selanjutnya, diberi perlakuan panas berupa *sintering* 1000<sup>0</sup>C selama 1 jam. Analisa mengenai struktur kristal dan sifat magnetik material dikarakterisasi menggunakan alat *X-ray Diffraction* (XRD) dan *Vibrating Sample Magnetometer* (VSM). Hasilnya menunjukkan bahwa pertambahan jumlah lapisan menyebabkan penurunan ukuran kristal dan nilai medan koersivitas (H<sub>c</sub>). Selain itu, nilai medan koersivitas mengalami penurunan akibat substitusi ion Co-Ni dan menjadikan material ini bersifat *soft magnetic*.

Kata kunci: Barium Heksaferit, *Ultrasonic Spray Pyrolysis*, koersivitas, substitusi Co-Ni

### ABSTRACT

**Intan Ayu Rembulan**. Synthesis and Characterization of Multilayer  $BaFe_{10}CoNiO_{19}$  using Ultrasonic Spray Pyrolysis Method. Minithesis. Jakarta: Study Program of Physics, Faculty of Mathematics and Natural Sciences, state University of Jakarta. 2017

*M*-type Barium Hexaferrite magnetic material has been synthesized by the substitution of Co and Ni into Fe,  $BaFe_{12-2x}Co_xNi_xO_{19}$  (x = 1). Barium Hexaferrite magnetic material on the substrate synthesized via ultrasonic spray pyrolysis method by variation number of layers 1,2 and 3. Then, sample were sinterred at  $1000^{\circ}C$  for 1 hour. The crystal structure and magnetic properties were characterized using X-ray diffraction (XRD) and vibrating sample magnetometer (VSM), respectively. The results showed that the crystalline size and the coercivity ( $H_c$ ) decrease with increasing number of layers. Moreover, the coercivity decrease by Co-Ni substitution and the material leads to a soft magnetic.

Keywords: Barium Hexaferrite, Ultrasonic Spray Pyrolysis, coercivity, Co-Ni substitutions

### KATA PENGANTAR

Puji syukur kehadirat Allah Subhanahu wa Ta'ala atas rahmat dan karunia-Nya penulis dapat menyelesaikan skripsi ini dengan baik. Shalawat serta salam senantiasa tercurahkan kepada junjungan besar kita, Rasulullah SAW beserta keluarga dan para sahabatnya. Penulisan skripsi ini diajukan guna memenuhi salah satu syarat memperoleh gelar Sarjana Sains pada Program Studi Fisika, Jurusan Fisika, FMIPA, Universitas Negeri Jakarta. Judul yang penulis ajukan adalah "SINTESIS DAN KARAKTERISASI *MULTILAYER* BaFe<sub>10</sub>CoNiO<sub>19</sub> DENGAN METODE *ULTRASONIC SPRAY PYROLYSIS*".

Penulis menyadari bahwa penyelesaian skripsi ini tidak terlepas dari bantuan berbagai pihak baik secara langsung maupun tidak langsung. Pada kesempatan kali ini penulis ingin menyampaikan rasa terima kasih kepada:

- Dr. Erfan Handoko, M.Si selaku Dosen Pembimbing I yang telah memberikan waktu, pengetahuan, bimbingan, doa, serta sarannya dalam menyelesaikan penyusunan skripsi ini
- 2. Dr. Iwan Sugihartono, M.Si selaku Dosen Pembimbing II atas bimbingan, motivasi, serta sarannya dalam menyelesaikan penyusunan skripsi ini
- 3. Dr. Widyaningrum Indrasari, M.Si selaku ketua Program Studi Fisika UNJ
- Muhammad Fajrin S, ST selaku laboran Laboratorium Fisika Material, FMIPA, UNJ atas kerjasamanya selama penelitian
- 5. Bpk. Rossy Amal Sholih (Bea Cukai) dan Bpk. Candra Kurniawan (LIPI Puspiptek) atas ilmu dan bantuannya dalam pengujian XRD dan VSM
- Ayah Risman Idris, Ibu Asniwati dan Lola Ayu yang senantiasa mendoakan, memberikan motivasi, semangat, nasehat dan segala bentuk dukungan baik moril maupun materiil
- 7. Desy Rakhmawati dan Abd Mughni, sebagai sahabat sekaligus teman seperjuangan selama penelitian hingga penyelesaian penyusunan skripsi ini
- 8. Martalia Andayani, Anisa Agustianingsih, Novia Angelita, Sabrina Tamimi, Ayu Mutia dan Indriani Permata Sari, sebagai sahabat yang senantiasa

membantu, mendoakan, memberikan motivasi serta saran selama penyusunan skripsi ini

9. Teman-teman jurusan Fisika 2012, teman-teman seperjuangan, terimakasih atas motivasi serta saran yang diberikan kepada penulis

Penulis menyadari bahwa laporan ini masih banyak kekurangan, untuk itu segala saran dan kritik sangat penulis harapkan sebagai proses pembelajaran demi penelitian selanjutnya yang lebih baik.

Jakarta, Februari 2017

Intan Ayu Rembulan

## **DAFTAR ISI**

ABS	ГRАК	i
KAT	A PENGANTAR	iii
DAF	ГAR ISI	v
DAF	ГAR GAMBAR	vii
DAF	FAR TABEL	ix
BAB	I	1
PENI	DAHULUAN	1
А.	Latar Belakang	1
В.	Identifikasi Masalah	
C.	Perumusan Masalah	
D.	Pembatasan Masalah	
E.	Tujuan Penelitian	5
F.	Manfaat Penelitian	5
BAB	II	6
TINJ	AUAN PUSTAKA	6
А.	Magnet Permanen	6
В.	Kurva Histerisis	6
C.	Temperature Curie	
D.	Barium Heksaferit	
E.	Substitusi Co dan Ni terhadap Barium Heksaferit	10
F.	Film Tipis ( <i>Thin Film</i> )	
1	. Thin Film Multilayer	
G.	Ultrasonic Spray Pyrolysis (USP)	
H.	Sintering	15
I.	Karakterisasi	
1	. Pengujian X-Ray Diffractometer (XRD)	
2	Pengujian Scanning Electron Microscope (SEM)	19
3	Pengujian Vibrating Sample Magnetometer (VSM)	
BAB	III	
MET	ODOLOGI PENELITIAN	
A.	Tujuan Operasional Penelitian	
B.	Tempat dan Waktu Penelitian	

C.	Metode Penelitian	21
D.	Bahan dan Alat Penelitian	21
1	. Bahan Penelitian	21
2	. Alat Penelitian	23
E.	Diagram Alir Penelitian	25
F.	Prosedur Penelitian	27
G.	Peralatan Pengukuran	29
BAB	IV	30
HASI	L DAN PEMBAHASAN	30
А.	Hasil dan pembahasan <i>thin film multilayer</i> BaFe <sub>10</sub> CoNiO <sub>19</sub>	30
1	. Preparasi <i>multilayer</i> BaFe <sub>10</sub> CoNiO <sub>19</sub> melalui metode <i>ultrasonic spray</i>	
<i>p</i> .	yrolysis	30
2	. Hasil analisis data XRD	32
3	. Hasil analisis data SEM	35
4	. Hasil analisis data VSM	36
В.	Hasil dan pembahasan <i>thick film multilayer</i> BaFe <sub>10</sub> CoNiO <sub>19</sub>	37
1	. Preparasi <i>multilayer</i> BaFe <sub>10</sub> CoNiO <sub>19</sub> melalui metode <i>ultrasonic spray</i>	27
<i>p</i> .	yrolysis	31
2	Hasil analisis data XRD	37
3	Hasil analisis data VSM	42
BAB	V	46
KESI	MPULAN DAN SARAN	46
А.	Kesimpulan	46
В.	Saran	47
DAF	ΓAR PUSTAKA	48
LAM	PIRAN	51
А.	LAMPIRAN 1	51
В.	LAMPIRAN 2	54
C.	LAMPIRAN 3	56
DAF	<b>FAR RIWAYAT HIDUP</b>	59

## DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1. Bagian dalam dari hard disk dive	
Gambar 2.2. Kurva histerisis fero- atau ferimagnetik	
Gambar 2.3. Kurva histerisis material magnet keras (hard) dan lunak	
(soft)	8
Gambar 2.4. Struktur barium ferit	9
Gambar 2.5. Kurva histerisis sampel $BaFe_{12-2x}Co_xTi_xO_{19}$ dengan x = 0,1,2,3	
yang terukur dalam suhu ruang	12
Gambar 2.6. Variasi proses deposisi kimia	14
Gambar 2.7. Diagram skematik spray pyrolysis	15
Gambar 2.8. Proses <i>sintering</i> padat (a)sebelum dilakukan sinter (b)setelah	
dilakukan sinter	16
Gambar 2.9. Representasi skematik mekanisme sintering untuk sistem	
dua partikel	17
Gambar 2.10. Difraksi sinar-X pada bidang kristal	18
Gambar 3.1. Bahan-bahan dasar sintesis $BaFe_{10}CoNiO_{19}$ (a) barium nitrat;	
(b) besi nitrat; (c) cobalt nitrat; (d) nikel sulfat	22
Gambar 3.2. Neraca digital	54
Gambar 3.3. <i>Magnetic stirrer</i>	
Gambar 3.4. Substrat quartz	54
Gambar 3.5. Termometer termokopel dan hot plate	54
Gambar 3.6. USP generator	
Gambar 3.7. Furnace	54
Gambar 3.8. Perendaman substrat dalam alcohol	55
Gambar 3.9. Proses penyemprotan uap ke arah substrat panas	55
Gambar 3.10. Perubahan warna pada substrat	55
Gambar 4.1. Setup eksperimental untuk <i>ultrasonic spray pyrolysis</i>	31
Gambar 4.2 Hasil sintesis film tipis BaFe <sub>10</sub> CoNiO <sub>19</sub> (a) satu lapis,	
(b) dua lapis, (c) tiga lapis	32

Gambar 4.3 Pola difraksi sinar-X dari material film tipis multilayer	
BaFe <sub>10</sub> CoNiO <sub>19</sub> dengan variasi jumlah lapisan (a) 1;	
(b) 2; (c) 3	34
Gambar 4.4. Foto SEM film tipis BaFe <sub>10</sub> CoNiO <sub>19</sub> (a) satu lapis, (b) dua lapis,	
(c) tiga lapis	36
Gambar 4.5. Hasil sintesis film tebal BaFe <sub>10</sub> CoNiO <sub>19</sub> (a) satu lapis,	
(b) dua lapis, (c) tiga lapis	37
Gambar 4.6. Pola difraksi sinar-X dari material thick film multilayer	
$BaFe_{10}CoNiO_{19}$ dengan variasi jumlah lapisan (a) 1;	
(b) 2; (c) 3	39
Gambar 4.7. Kurva histerisis material BaFe <sub>10</sub> CoNiO <sub>19</sub> untuk medan magnetik	
(a)perpendicular dan (b)parallel	43

## DAFTAR TABEL

Tabel 3.1. Komposisi bahan	
Tabel 4.1. Hasil perhitungan ukuran kristal, d-spacing, dan parameter kisi	
material <i>thick film multilayer</i> BaFe <sub>10</sub> CoNiO <sub>19</sub>	41
Tabel 4.2. Ukuran material film tebal BaFe <sub>10</sub> CoNiO <sub>19</sub> untuk pengujian	
VSM	42
Tabel 4.3. Nilai saturasi magnetik, medan koersivitas dan magnetisasi remanen	
film tebal BaFe <sub>10</sub> CoNiO <sub>19</sub> yang terukur pada suhu ruang	44

# BAB I PENDAHULUAN

#### A. Latar Belakang

Penemuan di awal tahun 1950-an telah menunjukkan bahwa heksagonal ferit merupakan salah satu golongan terpenting dari material magnetik [1]. Sehingga banyak digunakan karena aplikasinya yang cocok untuk magnet permanen, perekaman magnetik, absorber material, perangkat penyimpanan data, dan aplikasi-aplikasi frekuensi tinggi [2,3,4]. Heksagonal ferit merupakan magnet keras dengan nilai koersivitas berkisar 200 kA/m. Biaya produksi material ini murah dengan metode pengolahan keramik, serta dapat dijadikan bubuk dan dibentuk dengan mudah sesuai dengan bentuk yang diinginkan [5].

Berdasarkan rumus kimia dan struktur kristalnya, heksaferit dikelompokkan menjadi 5 tipe, yaitu tipe-M (BaFe<sub>12</sub>O<sub>19</sub>), tipe-W (BaMe<sub>2</sub>Fe<sub>16</sub>O<sub>27</sub>), tipe-X (Ba<sub>2</sub>Me<sub>2</sub>Fe<sub>28</sub>O<sub>46</sub>), tipe-Y (Ba<sub>2</sub>Me<sub>2</sub>Fe<sub>12</sub>O<sub>22</sub>) dan tipe-Z (Ba<sub>2</sub>Me<sub>2</sub>Fe<sub>24</sub>O<sub>41</sub>) [6]. Di antara heksagonal ferit, barium heksaferit tipe-M (BaM) telah banyak diteliti karena sifatnya yang unggul seperti temperatur Curie yang tinggi, stabilitas kimiawi yang baik, daya tahan korosi, dan koersivitas tinggi [2].

Beberapa tahun terakhir, bubuk partikel barium heksaferit (BaFe<sub>12</sub>O<sub>19</sub>) telah menarik perhatian karena potensi aplikasinya terhadap sistem rekaman magnetik densitas tinggi, yang mana tidak dapat dengan mudah digantikan oleh magnet lain [7,8]. Potensi baik inilah yang menyebabkan permintaan akan barium heksaferit mengalami peningkatan sehingga banyak upaya dilakukan untuk menghasilkan substitusi kation pada BaFe<sub>12</sub>O<sub>19</sub> untuk meningkatkan sifat magnetik, yang meliputi saturasi magnetisasi (Ms), remanen (Mr) dan gaya koersif (Hc) [8].

Saturasi magnetik dan koersivitas barium heksaferit yang sangat tinggi tersebut menyebabkan sifat anisotropi bahan semakin meningkat sehingga sifat absorbsinya menjadi semakin lemah. Hal ini menyebabkan barium heksaferit sulit digunakan sebagai media perekam magnetik. Oleh karena itu, substiusi perlu dilakukan untuk mereduksi sifat anisotropi tersebut.

Divalen logam transisi seperti Ni dan Co digunakan dalam ferit jenis magnetoplumbite sebagai substituen dari Fe untuk memodifikasi sifat magnetik karena memiliki kesamaan jari-jari ion dan konfigurasi elektron. Namun, belum banyak penelitian yang dilakukan dengan men-substitusi ion Ni atau Co sejauh ini. Padahal paduan berbahan dasar nikel telah digunakan dalam aplikasi-aplikasi yang membutuhkan sifat tahan korosi dan tahan panas. Paduan nikel-besi telah dikembangkan untuk aplikasi-aplikasi yang membutuhkan karakteristik magnet lunak (*soft magnetic*). Sedangkan, substitusi cobalt dapat menurunkan koersivitas intrinsik dan magnetisasi saturasi secara signifikan, dan menghasilkan ferit yang lebih lunak (*soft magnetic material*) [9,10].

Pada penelitian ini, barium heksaferit akan dibuat dengan substitusi logam transisi ion Co dan Ni terhadap ion Fe. Dengan substitusi logam transisi diharapkan mampu mereduksi sifat anisotropi magnetik, yang disebabkan oleh kacaunya arah momen magnet karena munculnya ion substitusi sehingga domainnya menjadi acak (*random*). Hal ini akan meningkatkan sifat absorbsinya dan sangat baik bila diaplikasikan pada media perekaman magnetik, karena berkurangnya nilai koersivitas sehingga material bersifat *soft magnetic*.

Saat ini, film tipis magnetik cukup menarik perhatian karena dapat menunjukkan sifat fisika dan kimia yang berbeda dengan bahan asalnya sebagai hasil dari berkurangnya ukuran dan dimensi mencapai ukuran nano [5]. Dengan menerapkan *thin film multilayer*, kita mengharapkan dapat mengubah sifat magnetik material. *Multilayer* dapat secara luas meningkatkan/memperbaiki sifat penyerapan. *Thin film multilayer* telah diakui untuk aplikasinya pada banyak medan [11].

Berbagai metode seperti *chemical vapor deposition, sputtering, evaporasi, dip coating, spin coating, spray pyrolysis* dan *drop casting* telah digunakan dalam proses deposisi kimia. Teknik *spray pyrolysis* adalah salah satu metode preparasi film tipis. Teknik ini memiliki keunggulan yaitu biaya yang efisien dan waktu yang pendek untuk mensintesis film tipis. Teknik *spray pyrolysis* bila dibandingkan dengan metode lain menunjukkan kapabilitas deposisi yang seragam dan deposisi yang luas [11].

Metode *spray pyrolysis* mampu menghasilkan partikel dengan komposisi dan morfologi partikel yang yang terkontrol, kristalinitas yang bagus dan pengontrolan ukuran partikel yang seragam sangat dipengaruhi oleh kemampuan ultrasonik dalam produksi ukuran tetesan (*droplet*) [12]. Metode ini dapat menghasilkan nanopartikel berbentuk bulat (*spherical*) dengan distribusi ukuran partikel yang kecil (ukuran tetesan 1-100 $\mu$ m) [13].

Pada penelitian sebelumnya, dinyatakan bahwa semakin banyak penambahan ion substitusi pada barium heksaferit menyebabkan penurunan nilai koersivitas dan peningkatan saturasi magnet dibandingkan dengan barium heksaferit tanpa substitusi [14]. Medan anisotropi berkurang pula sebanding dengan peningkatan substitusi logam transisi [7]. Oleh karena itu, penelitian ini akan difokuskan pada pembuatan film tipis  $BaFe_{12-2x}Co_xNi_xO_{19}$  dengan nilai x = 1 dimana terdapat substitusi logam transisi ion Co dan Ni terhadap ion Fe dengan perbandingan Fe/Ba sebesar 8 mmol [15]. Sedangkan, metode fabrikasi yang akan digunakan pada pembuatan film tipis barium heksaferit ini yaitu metode *Ultrasonic Spray Pyrolysis*.

Selanjutnya akan dilakukan sintering dengan suhu 1000°C. Hal ini didasarkan pada penelitian sebelumnya yang dilakukan oleh S. Daulay (2012), yang menyimpulkan bahwa perlakuan panas mencapai suhu 1000°C yang ditahan selama 1 jam dapat menghasilkan sampel dengan fasa tunggal [16]. Suhu sinter yang tinggi akan menyebabkan peningkatan nilai koersivitas dan saturasi magnet dari barium heksaferit yang disubstitusi, peningkatan ini disebabkan oleh barium heksaferit yang murni tanpa adanya pengotor[14]. Proses sintering dimaksudkan agar terjadi penyusutan serbuk, sehingga menyebabkan penurunan volume, dan sampel yang telah disinter akan menjadi lebih padat, kepadatan pori akan meningkat dan dengan sendirinya sifat mekanis dari bahan tersebut juga akan meningkat, khususnya pada kekuatan sampel [17].

Film tipis yang diperoleh akan dianalisis struktur mikronya dengan *Scanning Electron Microscope* (SEM), struktur kristalnya dengan *X-Ray Diffraction* (XRD) dan sifat kemagnetannya dengan *Vibrating Sample Magnetometer* (VSM).

#### B. Identifikasi Masalah

Berdasarkan latar belakang yang telah dipaparkan, maka permasalahan yang dapat diidentifikasi dalam penelitian ini sebagai berikut:

- 1. Bagaimana proses sintesis film tipis  $BaFe_{12-2x}Co_xNi_xO_{19}$  (x = 1) dengan perbandingan Fe/Ba 8 mmol menggunakan metode *Ultrasonic Spray Pyrolysis* (USP)?
- Bagaimana karakteristik fasa/kristal yang terbentuk pada sintesis film tipis BaFe<sub>10</sub>CoNiO<sub>19</sub> dengan metode *Ultrasonic Spray Pyrolysis* (USP)?
- Bagaimana struktur mikro material yang terbentuk pada sintesis film tipis BaFe<sub>10</sub>CoNiO<sub>19</sub> dengan metode *Ultrasonic Spray Pyrolysis* (USP)?
- 4. Bagaimanakah pengaruh substitusi ion Co dan Ni terhadap sifat magnetik materialnya?
- 5. Apakah pembuatan *multilayer* dapat meningkatkan/memperbaiki sifat kemagnetannya?

#### C. Perumusan Masalah

Perumusan masalah pada penelitian ini adalah bagaimana pengaruh substitusi logam transisi ion Co dan Ni terhadap ion Fe pada film tipis *multilayer* BaFe<sub>12-2x</sub>Co<sub>x</sub>Ni<sub>x</sub>O<sub>19</sub> (x = 1) dengan variasi jumlah lapisan (1 lapis, 2 lapis, dan 3 lapis) dalam pengaplikasian sebagai media perekaman magnetik.

#### D. Pembatasan Masalah

Batasan masalah untuk proses pembuatan magnet permanen jenis  $BaFe_{12-}_{2x}Co_xNi_xO_{19}$  terbatas pada:

- Pembuatan film tipis *multilayer* BaFe<sub>10</sub>CoNiO<sub>19</sub> dari bahan baku bubuk Ba(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub>, Fe(NO<sub>3</sub>)<sub>3</sub>.9H<sub>2</sub>O, Co(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub>.6H<sub>2</sub>O dan Ni<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>.7H<sub>2</sub>O dengan perbandingan Fe/Ba 8 mmol.
- 2. Menggunakan metode *Ultrasonic Spray Pyrolysis* (USP) yang dibuat *multilayer* dengan variasi jumlah lapisan yaitu 1 lapis, 2 lapis, dan 3 lapis.
- 3. Analisis struktur mikro material dengan *Scanning Electron Microscope* (SEM) dan struktur kristal material dengan *X-Ray Diffraction* (XRD).

4. Pengujian sifat kemagnetan material dengan *Vibrating Sample Magnetometer* (VSM).

#### E. Tujuan Penelitian

Penelitian yang dilakukan memiliki beberapa tujuan, yaitu:

- 1. Membuat film tipis *multilayer*  $BaFe_{12-2x}Co_xNi_xO_{19}$  (x = 1) dengan perbandingan Fe/Ba sebesar 8 mmol yang difabrikasi menggunakan metode *Ultrasonic Spray Pyrolysis* (USP), dimana ion Co dan Ni mensubstitusi sebagian ion Fe, dan diharapkan material tersebut dapat diaplikasikan sebagai media perekaman magnetik.
- 2. Mengetahui karakteristik fasa/kristal yang terbentuk dari pembuatan film tipis *multilayer* dengan metode *Ultrasonic Spray Pyrolysis* (USP).
- 3. Mengetahui struktur mikro yang terbentuk dari pembuatan film tipis *multilayer* dengan metode *Ultrasonic Spray Pyrolysis* (USP).
- Mengetahui pengaruh substitusi ion Co dan Ni terhadap karakteristik film tipis barium heksaferit yang dibuat dengan variasi lapisan (1 lapis, 2 lapis dan 3 lapis) sebagai media perekaman magnetik.
- 5. Mengetahui pengaruh pembuatan *thin film multilayer* terhadap peningkatan sifat magnetik material.

#### F. Manfaat Penelitian

Penelitian ini diharapakan dapat menjadi acuan dalam merekayasa material magnetik berupa magnet permanen barium heksaferit (BaFe<sub>12</sub>O<sub>19</sub>) setelah adanya substitusi logam transisi ion Co dan Ni terhadap ion Fe dengan metode *Ultrasonic Spray Pyrolysis* (USP) yang akan diaplikasikan sebagai media perekaman magnetik.

# BAB II TINJAUAN PUSTAKA

#### A. Magnet Permanen

Magnet permanen adalah suatu bahan yang dapat menghasilkan medan magnet yang besarnya tetap tanpa adanya pengaruh dari luar atau disebut magnet alam karena memiliki sifat kemagnetan yang tetap. Magnet ini terbuat dari bahan feromagnetik keras, yang memiliki ketahanan demagnetisasi. Magnet permanen dapat digunakan untuk pemisahan magnetik, motor listrik, perekaman dan media penyimpanan magnetik seperti *hard drive* dan tape magnetik [18].



Gambar 2.1. Bagian dalam dari hard disk drive [5]

Magnet permanen dapat diproduksi dengan beberapa teknologi seperti *casting* dan *sintering*. Suatu material disebut magnet permanen jika mampu menghasilkan fluks magnet yang tinggi dari suatu volume magnet tertentu dan stabilitas magnetik yang baik terhadap pengaruh demagnetisasi. Suatu magnet permanen minimal harus memiliki karakteristik dengan sifat kemagnetan remanen B<sub>r</sub>, dan koersivitas instrinsik H<sub>c</sub>, serta *temperature Curie* T<sub>c</sub> yang tinggi.

#### **B.** Kurva Histerisis

Kurva histerisis merupakan sebuah plot induksi magnetik **B** dan polarisasi magnetik sebagai fungsi kekuatan medan magnetik **H** (Gambar 2.2). Gambar 2.2 menunjukkan bahwa material magnetik mula-mula berada pada keadaan tak termagnetisasi dan induksi magnetik mengikuti kurva dari nol sampai  $\mathbf{B}_{s}$  sebagai

medan yang mengalami peningkatan dalam arah positif. Walaupun magnetisasi konstan setelah saturasi, **B** terus meningkat, karena  $B = H + 4\pi M$ . Nilai **B** pada **B**<sub>s</sub> disebut induksi saturasi dan kurva **B** dari keadaan demagnetisasi sampai **B**<sub>s</sub> disebut kurva induksi normal. Saat **H** dikurangi sampai nol setelah saturasi, induksi menurun dari **B**<sub>s</sub> sampai **B**<sub>r</sub>, disebut induksi residual (sisa). Medan balik diperlukan untuk mengurangi induksi sampai nol yang disebut koersivitas, **H**<sub>c</sub> [5].



Gambar 2.2. Kurva histerisis fero- atau ferimagnetik [5]

Bergantung pada nilai koersivitas, material magnetik dapat diklasifikasikan menjadi material magnetik lunak dan keras. Material magnetik lunak memiliki nilai koersivitas kurang dari 1 kA/m. Sedangkan material magnetik keras, nilai koersivitasnya lebih dari 1 kA/m [18]. Magnet keras menarik material yang mengalami magnetisasi menuju dirinya, magnet ini dapat mempertahankan kemagnetannya dalam waktu yang cukup lama. Sedangkan magnet lunak dapat mengalami magnetisasi dan tertarik ke magnet lain dan sifat magnetiknya hanya akan bertahan apabila manget berada dalam suatu medan magnetisasi yang permanen.

Untuk bahan feromagnetik, koersivitas adalah intensitas medan magnet yang diperlukan untuk mengurangi magnetisasi bahan sampai nol setelah magnetisasi sampel telah mencapai saturasi. Jadi, koersivitas mengukur resistansi bahan feromagnetik sampai menjadi demagnetisasi. Hal ini dapat diukur dengan menggunakan magnetometer. Di bawah ini merupakan gambaran dengan diagram histerisis (Gambar 2.3)



Gambar 2.3. Kurva histerisis material magnet keras (hard) dan lunak (soft) [5]

Jika telah disebutkan bahwa bahan yang mempunyai koersivitas tinggi kemagnetannya tidak mudah hilang, maka bahan seperti itu baik untuk membuat magnet permanen. Magnet permanen dapat diberi indeks berdasarkan momem koersif yang diperlukan untuk menghilangkan induksi. BaFe<sub>12</sub>O<sub>19</sub> mempunyai nilai  $H_c$  yang sangat besar, tetapi  $BH_{max}$  (hasil kali B dan H yang terbesar pada kuadran kedua kurva histerisis) sedang-sedang saja, karena rapat fluks lebih rendah dibandingkan bahan magnet permanen lainnya.

#### C. Temperature Curie

*Temperature Curie* merupakan konstanta fisika mengenai sifat karakteristik bahan feromagnetik. Di atas temperatur *Curie*, sebuah material akan menghilangkan sifat feromagnetiknya. Pada sebuah bahan feromagnetik, dipoldipol mensejajarkan diri yang disebut juga domain dan domain melewati susunan membawa medan magnet internal dari magnetisasi bahan. Pada temperatur di atas titik *Curie*, keadaan ini akan rusak, dipol-dipol magnetik menjadi acak dan bahan tidak akan menunjukkan sifat-sifat magnetik lagi. Perubahan ini terjadi secara tiba-tiba saat mencapai temperatur *Curie* [19].

#### **D.** Barium Heksaferit

Heksagonal ferit merupakan magnet keras dengan nilai koersivitas berkisar 200 kA/m. Biaya produksi material ini murah dengan metode pengolahan keramik, serta dapat dijadikan bubuk dan dibentuk dengan mudah sesuai dengan bentuk yang diinginkan. Material heksagonal ferit yang paling penting adalah magnet barium ferit. Magnet barium ferit (BaO.6Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) atau biasa disebut magnet keramik memiliki struktur kristal heksagonal. Struktur ini mempunyai sifat *magneto crystalline anisotropy* yang baik. Barium heksaferit memiliki struktur *magnetoplumbite* (gambar 2.4) [5].



Gambar 2.4. Struktur barium ferit [5]

Struktur *magnetoplumbite* mengandung 10 lapisan oksigen pada unit sel dasar, dan dibuat dari empat blok, yaitu **S**, **S**\*, **R** dan **R**\* pada gambar. Ion-ion Ba

dan O memiliki ukuran atom yang hampir sama, keduanya bersifat non-magnetik, sedangkan ion Fe bersifat magnetik dan menempati posisi interstisi. Berdasarkan arah susunan butirnya, heksagonal ferit dapat diklasifikan menjadi isotropi (acak) dan anisotropi (terorientasi). Hal ini mempengaruhi energi magnetisasi material, dimana energi magnetisasi akan menurun seiring dengan partikel yang semakin terorientasi selama proses fabrikasi. Selain itu, ukuran partikel dan fraksi volume dari fasa ferit juga mempengaruhi energi magnetisasi [5].

Barium heksaferit telah banyak diteliti karena memiliki kelebihan sehingga dapat diaplikasikan dalam bidang ilmiah dan teknologi. Barium heksaferit memiliki *temperature Curie* yang tinggi, stabilitas kimiawi yang baik, daya tahan korosi, dan koersivitas tinggi [2]. Secara teori, barium heksaferit memiliki magnetisasi saturasi (Ms) sebesar 72 emu/gr, medan koersivitas (Hc) sebesar 6700 Oe, dan temperatur Curie sebesar 450<sup>o</sup>C [14]. Sifat-sifat tersebut menjadikan partikel barium heksaferit sebagai salah satu material yang paling menjanjikan untuk media perekaman densitas tinggi [20]. Ukuran butirnya yang submicron pun menjadikan barium heksaferit sebagai salah satu material yang paling mumum digunakan sebagai aplikasi perekaman magnetik serta material nanokomposit magnetik untuk penyerapan radiasi gelombang mikro.

Berdasarkan rumus kimia dan struktur kristalnya, heksaferit dikelompokkan menjadi 5 tipe, yaitu tipe-M (BaFe<sub>12</sub>O<sub>19</sub>), tipe-W (BaMe<sub>2</sub>Fe<sub>16</sub>O<sub>27</sub>), tipe-X (Ba<sub>2</sub>Me<sub>2</sub>Fe<sub>28</sub>O<sub>46</sub>), tipe-Y (Ba<sub>2</sub>Me<sub>2</sub>Fe<sub>12</sub>O<sub>22</sub>) dan tipe-Z (Ba<sub>2</sub>Me<sub>2</sub>Fe<sub>24</sub>O<sub>41</sub>) [6]. Di antara heksagonal ferit, barium heksaferit tipe-M (BaM) telah banyak diteliti karena sifatnya yang unggul seperti temperatur Curie yang tinggi, stabilitas kimiawi yang baik, daya tahan korosi, dan koersivitas tinggi [2]. Material ini paling banyak dimanfaatkan secara komersial dan telah banyak penelitian yang dilakukan sampai saat ini untuk pengembangan baik dari segi fabrikasi maupun penggunaannya. Salah satu alasan material ini masih menarik perhatian sampai saat ini adalah biaya produksi yang relatif murah [21].

#### E. Substitusi Co dan Ni terhadap Barium Heksaferit

Beberapa tahun terakhir, bubuk partikel barium heksaferit ( $BaFe_{12}O_{19}$ ) telah menarik perhatian karena potensi aplikasinya terhadap sistem rekaman magnetik

densitas tinggi, yang mana tidak dapat dengan mudah digantikan oleh magnet lain [7,8]. Potensi baik inilah yang menyebabkan permintaan akan barium heksaferit mengalami peningkatan sehingga banyak upaya dilakukan untuk menghasilkan substitusi kation pada BaFe<sub>12</sub>O<sub>19</sub> untuk meningkatkan sifat magnetik, yang meliputi saturasi magnetisasi (Ms), remanen (Mr) dan gaya koersif (Hc) [8].

Barium heksaferit memiliki sifat magnetik, yaitu saturasi magnetik dan nilai koersivitas yang sangat tinggi. Hal ini menyebabkan sifat anisotropi bahan semakin meningkat sehingga sifat absorbsinya menjadi semakin lemah. Hal ini pula yang menyebabkan barium heksaferit sulit digunakan sebagai media perekam magnetik. Oleh karena itu, substiusi perlu dilakukan untuk mereduksi sifat anisotropi tersebut.

Barium heksaferit memiliki struktur yang berlapis-lapis. Substitusi pada atom barium heksaferit bertujuan untuk meningkatkan sifat magnetik dari barium heksaferit. Substitusi pada atom Ba memiliki tujuan yang mengarah pada mengubah parameter kisi. Sedangkan substitusi pada atom Fe adalah untuk menggantikan atom Fe dengan atom magnetik lain yang momen magnetnya lebih besar atau lebih kecil.

Divalen logam transisi seperti Co, Ti dan Mn sering digunakan sebagai kesamaan ionik jari-jari dan konfigurasi elektron untuk meningkatkan sifat magnetiknya [8]. Sebagian ion-ion ferit pada barium heksaferit dapat disubstitusi oleh divalen logam transisi tersebut. Substitusi tersebut dapat mempengaruhi perubahan struktur dan sifat magnetik BaFe<sub>12</sub>O<sub>19</sub>. Penelitian yang men-substitusi ion Co-Ti ke dalam BaFe<sub>12</sub>O<sub>19</sub> telah dilakukan sebelumnya dengan variasi nilai x. Hasilnya menunjukkan bahwa nanokristalin BaFe<sub>12-2x</sub>Co<sub>x</sub>Ti<sub>x</sub>O<sub>19</sub> mengalami penurunan ukuran *grain* akibat *doping*, koersivitas (H<sub>c</sub>) dan saturasi magnetik (M<sub>s</sub>) pun berkurang dengan peningkatan substitusi Co-Ti (gambar 2.5) [22].



Gambar 2.5. Kurva histerisis sampel  $BaFe_{12-2x}Co_xTi_xO_{19}$  dengan x = 0,1,2,3 yang terukur dalam suhu ruang [22]

Divalen logam transisi seperti Ni dan Co digunakan dalam ferit jenis magnetoplumbite sebagai substituen dari Fe untuk memodifikasi sifat magnetik karena memiliki kesamaan jari-jari ion dan konfigurasi elektron. Namun, belum banyak penelitian yang dilakukan dengan men-substitusi ion Ni atau Co sejauh ini. Padahal paduan berbahan dasar nikel telah digunakan dalam aplikasi-aplikasi yang membutuhkan sifat tahan korosi dan tahan panas. Paduan nikel-besi telah dikembangkan untuk aplikasi-aplikasi yang membutuhkan karakteristik magnet lunak (*soft magnetic*). Sedangkan, substitusi cobalt dapat menurunkan koersivitas intrinsik dan magnetisasi saturasi secara signifikan, dan menghasilkan ferit yang lebih lunak (*soft magnetic material*) [9,10].

Pada penelitian sebelumnya, dinyatakan bahwa semakin banyak penambahan ion substitusi pada barium heksaferit menyebabkan penurunan nilai koersivitas dan peningkatan saturasi magnet dibandingkan dengan barium heksaferit tanpa substitusi [14]. Medan anisotropi berkurang pula sebanding dengan peningkatan substitusi logam transisi [7].

#### F. Film Tipis (*Thin Film*)

Film tipis merupakan salah satu bahan nanomaterial. Nanomaterial adalah material dengan ukuran berdimensi nanometer. Fabrikasi barium heksaferit paling dasar dalam pengaplikasian adalah bentuk film tipis. Pada saat ini, fabrikasi film tipis cukup menarik perhatian karena sifat-sifat bahannya yang dapat dimodifikasi sesuai dengan yang diinginkan dan dapat menunjukkan sifat fisika dan kimia yang berbeda dengan bahan asalnya sebagai hasil dari berkurangnya ukuran dan dimensi mencapai ukuran nano[5,11].

Film tipis magnetik merupakan hal yang sangat penting secara teknologi, karena sebagian besar perangkat elektronik yang memanfaatkan perilaku magnetik sudah menggunakan rancangan film tipis. Selain kepentingan dalam hal teknologi, film tipis juga menarik perhatian karena menunjukkan sifat fisika yang baru sebagai hasil dari berkurangnya ukuran dan dimensi. Film tipis magnetik biasanya ditumbuhkan dengan teknik *layer-by-layer*, dimana secara ideal menempatkan atom pada substrat satu lapis pada satu waktu. Akibatnya, fasa baru/modifikasi, yang tidak terjadi pada *bulk material*, dapat dicapai [5].

#### 1. Thin Film Multilayer

Thin film multilayer menjadi meningkat penggunaannya dalam pengembangan divais elektronik dan optoelektronik yang lebih cepat, lebih kecil, dan lebih efisien. Salah satu alasan pengaplikasiam struktur *multilayer* adalah untuk memodifikasi sifat optik material. Film tipis *multilayer* telah diakui untuk aplikasinya pada banyak medan. Dalam hal dua lapis (*bilayer*), lapisan pertama berperan sebagai substrat bagi lapisan kedua. Hal ini mengubah sifat keseluruhan sistem. Saat lapisan pertama dan lapisan kedua berbeda, seluruh sistem berperilaku seperti material baru. Film tipis *multilayer* dapat digunakan pada sistem komunikasi optik. Dengan menggunakan film tipis *multilayer*, kita dapat mengubah sifat magnetik material. Contohnya, sebuah penelitian menunjukkan bahwa kita dapat menggunakan film tipis feroelektrik *multilayer* untuk aplikasi piroelektrik [11].

#### G. Ultrasonic Spray Pyrolysis (USP)



Gambar 2.6. Variasi proses deposisi kimia [11]

Dekomposisi kimia bahan organik dengan proses pemanasan tanpa atau sedikit oksigen ataupun reagen lainnya disebut juga dengan pirolisis, pada proses ini material mentah akan mengalami pemecahan struktur kimia menjadi fase gas. Teknik *spray pyrolysis* adalah salah satu metode preparasi film tipis. Teknik ini memiliki keunggulan yaitu biaya yang efisien dan waktu yang pendek untuk mensintesis film tipis. Teknik *spray pyrolysis* bila dibandingkan dengan metode lain menunjukkan kapabilitas deposisi yang seragam dan deposisi yang luas.

Terdapat variasi parameter dalam *spray pyrolysis* untuk meningkatkan kualitas film tipis. Parameter tersebut adalah konsentrasi larutan prekursor, kecepatan semprot, suhu substrat dan sudut penyemprotan. Dengan bantuan teknik *spray pyrolysis*, film tipis dapat disintesis pada tekanan biasa. Teknik *spray pyrolysis* sangat berguna bagi aplikasi yang membutuhkan biaya rendah [11].

Metode *spray pyrolysis* mampu mempabrikasi logam, oksida logam atau nonoksida dan partikel nanokomposit bubuk. Hal ini dikarenakan metode ini mampu menghasilkan partikel dengan komposisi dan morfologi partikel yang yang terkontrol, kristalinitas yang bagus dan pengontrolan ukuran partikel yang seragam sangat dipengaruhi oleh kemampuan ultrasonik dalam produksi ukuran tetesan (*droplet*) [12]. Ukuran partikel dapat mempengaruhi karakteristik magnetik dari barium heksaferit. Hal ini dikarenakan nilai koersivitas magnet yang meningkat sebanding dengan ukuran partikel magnetik yang menurun hingga skala nano, dimana pada skala nano terdapat kecenderungan terbentuknya *single domain* pada partikel [2].



Gambar 2.7. Diagram skematik spray pyrolysis [11]

Ukuran partikel dengan skala nano dapat dicapai dengan fabrikasi menggunakan metode *Ultrasonic Spray Pyrolysis*. Metode ini dapat menghasilkan nanopartikel berbentuk bulat (*spherical*) dengan distribusi ukuran partikel yang kecil [13].

*Ultrasonic spray pyrolysis* merupakan salah satu teknik paling sederhana untuk fabrikasi film tipis. Generator ultrasonik dapat menghasilkan aerosol. Aerosol mengalami sedimentasi oleh persediaan udara melewati pipa penyalur menuju substrat yang dipanaskan, pirolisis mencapai substrat dan membentuk film tipis yang rapat. Aerosol dibawa menuju substrat yang panas menggunakan sedimentasi udara konvensional [12].

#### H. Sintering

Dalam ilmu fisika, *sintering* adalah salah satu bentuk perlakuan panas untuk memperkuat material. Proses sintering pada magnet keramik merupakan suatu proses pemadatan/densifikasi dari sekumpulan serbuk pada suhu tinggi mendekati titik leburnya. Proses ini menyebabkan terjadinya perubahan struktur mikro seperti pengurangan jumlah dan ukuran pori, pertumbuhan butir, peningkatan densitas dan penyusutan [17]. Hal ini akan membuat material semakin rapat dan material benar-benar terbentuk [16].

Selain itu, perlu juga untuk menghilangkan sebagian pengotor yang berada dalam material, sehingga material ini perlu ditahan suhunya pada beberapa suhu tertentu. Penelitian sebelumnya yang dilakukan oleh S. Daulay (2012), menyimpulkan bahwa perlakuan panas mencapai suhu 1000<sup>0</sup>C yang ditahan selama 1 jam dapat menghasilkan sampel dengan fasa tunggal [16]. Tujuan dari penelitian sintering adalah untuk memahami bagaimana variabel-variabel dalam pemrosesan seperti suhu, ukuran partikel, densitas awal, tekanan, penyatuan partikel, komposisi, kecepatan pemanasan dan atmosfer sintering mempengaruhi struktur mikro yang dihasilkan [17].



Gambar 2.8. Proses *sintering* padat (a) sebelum dilakukan sinter (b) setelah dilakukan sinter [17]

Dari gambar 2.8. dapat dilihat bahwa sebelum dilakukan sinter partikel mempunyai permukaan yang terpisah-pisah. Sedangkan setelah sinter, partikel hanya mempunyai satu permukaan (menyatu). Pada proses sintering padat, terjadi penyusutan serbuk selama sintering, kekuatan material akan meningkat, pori-pori dan ukuran butirpun berubah. Perubahan ini diakibatkan oleh variabel-variabel yang telah dijelaskan sebelumnya. Diperlukan waktu dan suhu pemanasan yang cukup dalam proses sintering agar partikel halus dapat menjadi padat.

Ada beberapa faktor yang mempengaruhi keberlangsungan proses sintering, antara lain adanya transfer materi di antara butiran yang disebut proses difusi; adanya sumber energi yang dapat mengaktifkan transfer materi, dimana energi tersebut digunakan untuk menggerakkan butiran hingga terjadi kontak dan ikatan yang sempurna.



Gambar 2.9. Representasi skematik mekanisme sintering untuk sistem dua partikel [17]

Mekanisme proses *sintering* berdasarkan gambar 2.9 adalah sebagai berikut [17]:

- 1. Difusi permukaan
- 2. Difusi kisi (dari permukaan)
- 3. Vapor transport (evaporasi)
- 4. Difusi batas butir
- 5. Difusi kisi (dari batas butir)
- 6. Gerak dislokasi

Gambar 2.9 menunjukkan representasi skematik mekanisme sintering untuk sistem dua partikel. Perbedaan yang umum terjadi yaitu antara mekanisme densifikasi (pemadatan) dan non-densifikasi. Pada gambar 2.9 mekanisme non-densifikasi pada nomor 1, 2, dan 3 menghasilkan perubahan struktur mikro tanpa penyusutan. Sedangkan mekanisme densifikasi pada nomor 4, 5, dan 6 menggantikan material dari wilayah batas butir sampai terjadinya penyusutan. Evaporasi, difusi permukaan, dan difusi kisi dari permukaan partikel sampai ke leher mengarah pada pertumbuhan leher dan tahap pengkasaran partikel tanpa densifikasi.

Difusi batas butir dan difusi kisi dari batas butir sampai leher merupakan mekanisme densifitas yang paling penting dalam keramik polikristalin. Difusi dari batas-batas butir sampai ke pori mendukung pertumbuhan leher sebaik penyusutan. Tahap penyusutan ini akan menyebabkan terjadinya penurunan volume dan sampel yang telah disinter akan menjadi lebih padat, kepadatan pori akan meningkat dan dengan sendirinya sifat mekanis dari bahan tersebut juga akan meningkat, khususnya pada kekuatan sampel [17].

#### I. Karakterisasi

Karakterisasi dan analisa suatu material magnet permanen sangat diperlukan setelah produk magnet permanen dihasilkan, sehingga produk magnet permanen tersebut dapat dipertanggungjawabkan secara ilmiah.

#### 1. Pengujian X-Ray Diffractometer (XRD)

Analisa struktur kristal dapat dilakukan dengan menggunakan alat X-Ray Diffractometer (XRD). Prinsip utama instrumen XRD ialah difraksi sinar-X. Data yang dihasilkan dari pengujian ini dapat memprediksikan ukuran kristal serbuk dengan bantuan software. Tujuan dilakukannya pengujian difraksi sinar-X (XRD) adalah untuk menentukan fasa yang terbentuk setelah serbuk mengalami proses kalsinasi ataupun sintering. Ketika sinar-X mengenai bidang kristal suatu material, maka akan terjadi difraksi sinar-X pada bidang kristal tersebut sesuai dengan hukum Bragg (Gambar 2.10).



Gambar 2.10. Difraksi sinar-X pada bidang kristal

Difraksi sinar-X yang terjadi pada bidang kristal seperti pada gambar 2.10 dapat dinyatakan dengan persamaan Hukum Bragg (persamaan 2.1)

$$2d\sin\theta = n\lambda\tag{2.1}$$

Dimana n adalah orde difraksi, d merupakan jarak dua bidang atom sejajar dan berdekatan,  $\lambda$  adalah panjang gelombang sinar-X. Sinar-X yang masuk pada bidang kristal akan dihamburkan ke segala arah, dan sebagian gelombang berinterferensi konstruktif dan sebagian lainnya berinterferensi destruktif. Ukuran kristal dari hasil analisis XRD dapat ditentukan menggunakan persamaan Debye Scherrer:

$$D = \frac{k\lambda}{\beta\cos\theta} \tag{2.2}$$

Dimana, *D* menyatakan ukuran kristal, *k* menyatakan konstanta Scherrer (0.9),  $\lambda$  menyatakan panjang gelombang sinar-X (1,54056 Å),  $\beta$  sebagai nilai *Full Width at Half Maximum* (FWHM) dari puncak-puncak difraksi sinar-X yang dikoreksi (dalam radian) dan  $\theta$  menyatakan sudut Bragg. FWHM merupakan puncak lebar penuh pada setengah maksimum [8].

#### 2. Pengujian Scanning Electron Microscope (SEM)

Scanning Electron Microscope (SEM) merupakan salah satu jenis instrumen yang digunakan untuk mengamati struktur morfologi permukaan suatu spesimen. Kisaran perbesaran gambar yang diperoleh adalah 10 sampai 50.000x lebih. Pada komponen dasar alat SEM, terdapat sebuah piston elektron yang memproduksi sinar elektron dan dipercepat dengan anoda. Elektron ini melewati satu atau lebih lensa elektron (magnetik, elektrostatik, medan cross, multipole, mini, maxi, superkonduksi), lensa magnetik memfokuskan elektron menuju ke sampel dan tampilan gambar sumber elektron terbentuk pada bidang spesimen.

Proses perekaman tampilan gambar oleh SEM dimulai ketika permukaan spesimen dipindai dengan berkas elektron sejajar. Pada titik yang sama sepanjang

jalur elektron beam dibelokkan oleh medan terkontrol oleh *scanning generator*. Ketika elektron mengenai sampel, maka sampel akan mengeluarkan elektron baru yang akan dideteksi oleh detektor. Sinyal-sinyal yang diterima detektor ditampilkan pada *Cathode Ray Tube* (CRT) [23].

#### 3. Pengujian Vibrating Sample Magnetometer (VSM)

Lima puluh tahun terakhir ini, telah berkembang metode untuk penyimpanan informasi digital. Metode saat ini untuk penyimpanan informasi digital terutama untuk tujuan penggunaan media magnetic. Peningkatan densitas media penyimpanan terus menjadi wilayah penelitian yang sangat aktif. Material magnetik diklasifikasikan menjadi dua kategori besar, lunak atau keras. Karakteristik beberapa material magnetik, yang keras, lunak atau intermediet, dapat digambarkan dengan baik dalam hal kurva histerisis masing-masing.

Metode pengukuran yang paling umum digunakan untuk penentuan kurva histerisis pada suhu kamar adalah *Vibrating Sample Magnetometer* (VSM). Sistem *Vibrating Sample Magnetometer* digunakan untuk mengukur sifat-sifat kemagnetan bahan sebagai fungsi dari medan magnet, suhu, dan waktu. Fungsi ini cocok untuk penelitian dan pengembangan, uji produksi, kontrol kualitas dan proses. Bubuk, padatan, cairan, kristal tunggal dan film tipis telah mampu ditangani dengan VSM [24].

*Vibrating Sample Magnetometer* memiliki teknik yang sederhana namun efektif untuk mengkarakterisasi sifat bahan magnetik seperti histerisis, saturasi, koersivitas dan anisotropi. VSM adalah salah satu teknik yang ditekankan pada pengukuran dan karakterisasi berbagai material [25].

# BAB III METODOLOGI PENELITIAN

#### A. Tujuan Operasional Penelitian

Penelitian ini bertujuan untuk membuat *multilayer* material barium heksaferit tipe-M BaFe<sub>12-2x</sub>Co<sub>x</sub>Ni<sub>x</sub>O<sub>19</sub> (x = 1) dengan metode *Ultrasonic Spray Pyrolysis* (USP), dengan variasi jumlah lapisan yaitu 1 lapis, 2 lapis, dan 3 lapis. Selanjutnya, mengidentifikasi struktur kristal dan struktur mikro, serta sifat kemagnetannya.

#### B. Tempat dan Waktu Penelitian

Penelitian ini berlangsung selama bulan Agustus 2016 sampai dengan Januari 2017, bertempat di Laboratorium Fisika Material, Jurusan Fisika, Universitas Negeri Jakarta; BPIP tipe A, Bea Cukai, Cempaka Putih; Fisika LIPI Puspiptek, Serpong.

#### C. Metode Penelitian

Metode penelitian yang digunakan dalam penelitian ini adalah metode eksperimen.

#### D. Bahan dan Alat Penelitian

#### 1. Bahan Penelitian

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah:

- Barium nitrat (Ba(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub>)
  Gambar 3.1(a)
- Besi nitrat (Fe(NO<sub>3</sub>)<sub>3</sub>.9H<sub>2</sub>O) Gambar 3.1(b)
- Cobalt nitrat (Co(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub>.6H<sub>2</sub>O) Gambar 3.1(c)
- Nikel sulfat (Ni<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>.7H<sub>2</sub>O) Gambar 3.1(d)

- 5. Asam sitrat (*citric acid*)
- 6. DI water (deionized water)
- 7. Alkohol 70%



Gambar 3.1. Bahan-bahan dasar sintesis BaFe<sub>10</sub>CoNiO<sub>19</sub> (a) barium nitrat; (b) besi nitrat; (c) cobalt nitrat; (d) nikel sulfat

Bahan yang akan dibuat pada penelitian ini adalah barium dengan subtitusi Co-Ni terhadap Fe pada BaFe<sub>10</sub>CoNiO<sub>19</sub> yang direaksikan dengan asam sitrat (CA) dengan perbandingan Ba:Fe:CA sebesar 1:8:9 mmol yang dilarutkan dalam 10 mL *deionized water* (DI *water*), kemudian diencerkan dengan menambahkan 10 mL DI *water*. Dengan komposisi bahan sebagai berikut (perhitungan terlampir di lampiran 1):

Bahan	Massa (gram)
$Ba(NO_3)_2$	0,117
$Fe(NO_3)_3.9H_2O$	1,206
Co(NO <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> .6H <sub>2</sub> O	0,087
Ni <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> .7H <sub>2</sub> O	0,084
Asam sitrat	1,891

Tabel 3.1 Komposisi bahan

#### 2. Alat Penelitian

Alat-alat pendukung yang digunakan selama proses fabrikasi film tipis dan tebal pada penelitian ini adalah sebagai berikut:

1. Neraca digital

Merk : Pioneer

Daya : 0,001 gram

Gambar 3.2 terlampir di lampiran 2

- 2. Kertas timbang
- 3. Spatula
- 4. Injector
- 5. Gelas kaca
- 6. Magnetic stirrer

Merk : Huanghua Faithful Instrument

Daya : 220 V

Putaran : 100-2000 rpm

Gambar 3.3 terlampir di lampiran 2

- 7. Magnetic stir bar
- 8. Ultrasonic cleaner
- 9. Substrat *quartz*

Gambar 3.4 terlampir di lampiran 2

- 10. Pinset
- 11. Blower brush
- 12. Tisu
- 13. Alumunium foil
- 14. *Hot plate* Gambar 3.5 terlampir di lampiran 2
- 15. Termometer termokopel

Merk : HANNA instrument

Temp. range :  $-40^{\circ}$ C sampai 780<sup>o</sup>C

Gambar 3.5 terlampir di lampiran 2

16. Ultrasonic Spray Pyrolysis generator Merk : Ultrasonic Nebulizer GEA 402AI
Frekuensi : 1,7 MHz  $\pm 10\%$ Diameter kabut : 3,9  $\mu$ m Volume uap :  $\geq$  3 ml/menit Kapasitas nebulizer :  $\pm 150$  ml Daya : 220 - 240 VAC 50 Hz Gambar 3.6 terlampir di lampiran 2

- 17. Nozzle dan selang karet
- 18. Furnace

Merk : Barnstead Thermolyne

Gambar 3.7 terlampir di lampiran 2

- 19. Alumina
- 20. Plastik untuk menyimpan bahan

#### E. Diagram Alir Penelitian





# F. Prosedur Penelitian

- 1. Preparasi Bahan
  - Bahan-bahan utama yang digunakan dalam penelitian ini adalah bubuk Ba(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub>, Fe(NO<sub>3</sub>)<sub>3</sub>.9H<sub>2</sub>O, Co(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub>.6H<sub>2</sub>O, Ni<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>.7H<sub>2</sub>O, dan asam sitrat
  - Bahan-bahan tersebut ditimbang dengan menggunakan neraca digital.
- 2. Preparasi Alat
  - Membersihkan peralatan yang akan digunakan untuk membuat larutan prekursor; seperti gelas kaca, spatula, *injector*, *magnetic stir bar*, pinset, *atomizing cup* (perangkat *Ultrasonic generator*); dengan alkohol 70%
  - Mensterilkan peralatan tersebut menggunakan *ultrasonic cleaner* yang berisikan alkohol 70%, kemudian dikeringkan menggunakan kertas tisu.
- 3. Preparasi Substrat
  - Memotong substrat ukuran 1.5x1.5 cm menggunakan pemotong kaca
  - Merendam substrat (gambar 3.8 yang terlampir pada lampiran 2) dan mensterilkan substrat dengan menggunakan *ultrasonic cleaner* selama 5 menit
  - Mengeringkan substrat dengan menggunakan pinset dan *blower brush* untuk meminimalisir substrat terkena kotoran dari tangan
  - Setelah kering, substrat disimpan dalam wadah tertutup yang bagian dalamnya dilapisi *alumunium foil*.
- 4. Pembuatan larutan prekursor
  - Melarutkan CA ke dalam 10 mL DI *water*, kemudian diatomisasi dengan *ultrasonic cleaner* selama 15 menit
  - Mengaduk larutan dengan menggunakan magnetic stirrer selama 15 menit dalam suhu  $\pm 90^{0}$ C

- Menambahkan bubuk nikel sulfat, cobalt nitrat, besi nitrat dan barium nitrat secara bertahap dengan selisih waktu 3 menit. Setelah semua bubuk ditambahkan, larutan diaduk sampai menit ke-30 (sampai homogen)
- Mengencerkan larutan dengan menambahkan 10 mL DI *water* selama 30 menit, sehingga total waktu pengadukan larutan adalah 1 jam.
- 5. Proses Ultrasonic Spray Pyrolysis dan sintering
  - Memanaskan substrat di atas *hot plate* hingga suhunya mencapai  $\pm 250^{\circ}$ C
  - Menuangkan larutan prekursor ke dalam *atomizing cup* pada perangkat *ultrasonic generator*
  - Menyambungkan selang *ultrasonic generator* dengan *nozzle*
  - Menyalakan *ultrasonic generator* dan mengumpulkan uap selama 1 menit
  - Setelah uap sudah terkumpul, selanjutnya menyemprotkan uap ke arah substrat panas selama 60 detik seperti pada gambar 3.9 dan hasilnya pada gambar 3.10 yang terlampir pada lampiran 2
  - Penyemprotan ini dilakukan pada 3 substrat secara bergantian
  - Melakukan proses *sintering* dengan memasukkan ketiga substrat tersebut ke dalam *furnace* pada suhu 1000<sup>0</sup>C dan ditahan selama 1 jam.
- 6. Pembuatan *multilayer* 
  - Setelah ketiga substrat selesai melalui proses *sintering*, 1 substrat telah siap diuji (menghasilkan 1 lapis), sedangkan 2 substrat lainnya disemprotkan larutan prekursor lagi dengan cara yang sama, kemudian dilakukan *sintering*
  - Setelah kedua substrat selesai melalui proses *sintering*, 1 substrat telah siap diuji (menghasilkan 2 lapis), sedangkan 1 substrat lainnya disemprotkan larutan prekursor lagi dengan cara yang sama, kemudian dilakukan *sintering*
  - Substrat terakhir menghasilkan sampel 3 lapis.

# G. Peralatan Pengukuran

Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini untuk menguji sampel adalah sebagai berikut:

- 1. XRD (X-Ray Diffractometer)
- 2. SEM (Scanning Electron Microscopy)
- 3. VSM (Vibrating Sample Magnetometer)

# **BAB IV**

# HASIL DAN PEMBAHASAN

#### A. Hasil dan pembahasan thin film multilayer BaFe<sub>10</sub>CoNiO<sub>19</sub>

# 1. Preparasi multilayer BaFe<sub>10</sub>CoNiO<sub>19</sub> melalui metode ultrasonic spray pyrolysis

Pada penelitian ini telah dilakukan sintesis *thin film multilayer* BaFe<sub>10</sub>CoNiO<sub>19</sub> di atas substrat melalui metode *ultrasonic spray pyrolysis*, dengan variasi jumlah lapisan yaitu 1 lapis, 2 lapis, dan 3 lapis. Larutan prekursor yang digunakan untuk pembuatan material ini menggunakan perbandingan Fe/Ba sebesar 8 mmol. Proses sintesis melalui beberapa tahapan yaitu preparasi substrat, pembuatan larutan prekursor, proses penyemprotan, proses *sintering* dan pembuatan *multilayer*.

1. Preparasi substrat

Substrat yang digunakan pada penelitian ini berukuran 1.5x1.5 cm yang dipotong menggunakan pemotong kaca untuk mendapatkan ukuran yang diinginkan. Substrat yang sudah dipotong kemudian dibersihkan dengan cara direndam ke dalam alkohol 70% dan mensterilkan substrat dengan menggunakan *ultrasonic cleaner* selama 5 menit agar kotoran-kotoran mikroskopis pada substrat terlepas. Setelah selesai dibersihkan, substrat dikeringkan dengan menggunakan pinset dan *blower brush* untuk meminimalisir substrat terkena kotoran dari tangan.

#### 2. Pembuatan larutan prekursor

Jumlah massa bahan dasar pada penelitian ini didapatkan dengan perhitungan stoikiometri (tabel 3.1). Bahan dasar tersebut antara lain  $Ba(NO_3)_2$ ,  $Fe(NO_3)_3.9H_2O$ ,  $Co(NO_3)_2.6H_2O$ ,  $Ni_2SO_4.7H_2O$ , asam sitrat (CA) dan *deionized water* (DI *water*) dengan perbandingan Ba:Fe:CA sebesar 1:8:9 mmol. Langkah pertama pembuatan larutan prekursor ini adalah dengan melarutkan CA ke dalam 10 mL DI *water*, kemudian diaduk dengan menggunakan *magnetic stirrer* selama 15 menit dalam suhu  $\pm 90^{0}$ C. Selanjutnya, menambahkan bubuk nikel sulfat,

cobalt nitrat, besi nitrat dan barium nitrat secara bertahap dengan selisih waktu 3 menit. Setelah semua bubuk ditambahkan, larutan diaduk sampai menit ke-30 (sampai homogen). Kemudian, larutan diencerkan dengan menambahkan 10 mL DI *water* selama 30 menit, sehingga total waktu pengadukan larutan adalah 1 jam.

#### 3. Proses penyemprotan

Setelah substrat dan larutan disiapkan, kemudian membuat perancangan alat untuk mendukung metode *ultrasonic spray pyrolysis* (gambar 4.1) dengan memanaskan substrat di atas *hot plate* hingga suhunya mencapai  $\pm 250^{\circ}$ C, menuangkan larutan prekursor ke dalam *atomizing cup* pada perangkat *ultrasonic generator*, dan menyambungkan selang *ultrasonic generator* dengan *nozzle*. Kemudian menyalakan *ultrasonic generator* dan mengumpulkan uap selama 1 menit dengan meminimalisasi *air compressor*. Setelah uap terkumpul, selanjutnya *air compressor* dimaksimalkan lalu menyemprotkan uap ke arah substrat panas selama 60 detik. Penyemprotan ini dilakukan pada 3 substrat secara bergantian.



Gambar 4.1. Setup eksperimental untuk ultrasonic spray pyrolysis [12]

#### 4. Proses sintering

Setelah selesai proses penyemprotan, dilanjutkan dengan proses *sintering* dengan memasukkan ketiga substrat tersebut ke dalam *furnace* pada suhu  $1000^{\circ}$ C dan ditahan selama 1 jam. Proses ini bertujuan agar material melewati temperatur *Curie* sehingga terbentuk fasa barium heksaferit.

#### 5. Pembuatan multilayer

Setelah ketiga substrat selesai melalui proses *sintering*, 1 substrat telah siap diuji (menghasilkan 1 lapis), sedangkan 2 substrat lainnya disemprotkan larutan prekursor lagi dengan cara yang sama, kemudian dilakukan *sintering*. Setelah kedua substrat selesai melalui proses *sintering*, 1 substrat telah siap diuji (menghasilkan 2 lapis), sedangkan 1 substrat lainnya disemprotkan larutan prekursor lagi dengan cara yang sama, kemudian dilakukan *sintering*. Substrat terakhir ini menghasilkan sampel 3 lapis (gambar 4.2).



Gambar 4.2 Hasil sintesis film tipis BaFe<sub>10</sub>CoNiO<sub>19</sub> (a) satu lapis, (b) dua lapis, (c) tiga lapis

#### 2. Hasil analisis data XRD

Material *thin film multilayer* BaFe<sub>10</sub>CoNiO<sub>19</sub> yang telah melalui proses sintering selanjutnya diuji menggunakan *X-Ray Diffraction* (XRD) dengan *range* sudut  $20^{0}$ - $100^{0}$  dan menggunakan panjang gelombang CuK $\alpha$  sebesar 1,54056 Å. Tujuan dari pengujian XRD ini adalah untuk mengetahui fasa-fasa dan unsur penyusun material tersebut. Langkah selanjutnya adalah dengan melakukan proses *search peak* dengan bantuan *software Highscore Plus*, yaitu mengidentifikasi puncak-puncak difraksi yang sesuai antara penyusun bahan dengan kode yang tertera pada *software Highscore Plus*. Proses pengujian XRD menghasilkan data intensitas dan sudut. Hasil yang didapatkan dari pengujian material film tipis BaFe<sub>10</sub>CoNiO<sub>19</sub> menunjukkan bahwa unsur-unsur penyusun dari material ini didominasi oleh *Iron Phosphate Hydroxide*.

Selanjutnya, dilakukan proses penghalusan (*refinement*) yang merupakan pencocokkan data hasil XRD dengan data ICSD, yaitu berupa data-data fasa yang

telah ditemukan sebelumnya. Setelah melalui proses *refinement*, akan mendapatkan hasil indeks kecocokkan pola difraksi terhitung dan pola difraksi terukur.

Gambar 4.3 adalah pola difraksi sinar-X dari material *thin film multilayer* BaFe<sub>10</sub>CoNiO<sub>19</sub>. Gambar tersebut menunjukkan pola dari fasa *Geothite* dan fasa *Iron Phosphate Hydroxide* setelah dilakukan proses identifikasi fasa pada material BaFe<sub>10</sub>CoNi<sub>19</sub>. Pada *thin film* 1 lapis, didapatkan fasa *Geothite* sebanyak 100% dengan nilai *Goodness of Fit* (GoF) sebesar 2,62339. Sedangkan pada *thin film* 2 lapis, didapatkan fasa *Iron Phosphate Hydroxide* sebanyak 100% dengan nilai GoF sebesar 1,80468. Dan pada *thin film* 3 lapis, didapatkan fasa *Iron Phosphate Hydroxide* sebanyak 100% dengan nilai GoF sebesar 1,80468. Dan pada *thin film* 3 lapis, didapatkan fasa *Iron Phosphate Hydroxide* sebanyak 100% dengan nilai GoF sebesar 1,80468. Dan pada *thin film* 3 lapis, didapatkan fasa *Iron Phosphate Hydroxide* sebanyak 100% dengan nilai GoF sebesar 1,75783. Kedua fasa tersebut didapatkan dengan menyesuaikan data standar ICSD nomor 98-015-9957 dan 98-003-0625.

*Goodness of Fit* (GoF) atau uji kecocokkan model merupakan parameter yang mewakili dari indeks kecocokkan. Ketercapaian penghalusan dapat dilihat pada nilai GoF pada masing-masing variasi sampel. Nilai GoF yang semakin kecil, menyatakan bahwa data tersebut memiliki *refinement* dengan tingkat pencocokkan kurva model yang baik yakni dengan nilai GoF yang kurang dari 2. Nilai GoF di bawah 2 merupakan batas yang dapat diterima untuk difraksi sinar-X.

Berdasarkan hasil uji kecocokkan model, disimpulkan bahwa model tidak cocok (*fit*) dengan data penelitian sampel 1 lapis. Sedangkan sampel yang berjumlah 2 dan 3 lapis memiliki kecocokkan yang lebih baik dengan model. *Peak list* yang menunjukkan kecocokkan pola puncak dari data penelitian dengan data ICSD terlampir di lampiran 3.

Untuk membuat grafik, digunakan program Bella untuk mendapatkan data keluaran berupa excel, kemudian di-plot dalam program Origin. Gambar 4.3 adalah pola difraksi sinar-X dari material film tipis *multilayer* BaFe<sub>10</sub>CoNiO<sub>19</sub>.



Gambar 4.3 Pola difraksi sinar-X dari material film tipis *multilayer* BaFe<sub>10</sub>CoNiO<sub>19</sub> dengan variasi jumlah lapisan (a) 1; (b) 2; (c) 3

Pola difraksi sinar-x di pada gambar 4.3 belum menunjukkan fasa barium heksaferit. Gambar 4.3 (a) menunjukkan puncak yang cocok dengan fasa *Geothite*, namun memiliki nilai GoF lebih dari 2, dimana hasil ini tidak menunjukkan kecocokkan yang akurat. Hal ini disebabkan lapisan yang terlalu tipis. Pada gambar 4.3 (b) dan (c) dapat terlihat bahwa pola yang dihasilkan memiliki kecocokkan dengan data referensi ICSD yaitu *Iron Phosphate Hydroxide*. Sintesis barium heksaferit yang tidak sempurna menyebabkan terbentuknya fasa pengotor ini. Munculnya senyawa ini mengindikasikan bahwa sampel yang dibuat menghasilkan Fe yang lebih dominan. Substrat hasil sintesis film tipis yang terdapat pada gambar 4.2 juga menunjukkan sampel yang dibuat menghasilkan Fe yang lebih dominan.

Bila kita telusuri dari cara pembuatan larutan prekursornya, sifat yang harusnya dipenuhi oleh larutan prekursor adalah sifat/suasana asam dengan pH di bawah 3. Sedangkan proses pembuatan larutan prekursor ini melalui proses pengenceran, yang mana hal ini dapat mengubah pH larutan prekursor tersebut menjadi meningkat. Hal ini menyebabkan senyawa Fe(NO<sub>3</sub>)<sub>3</sub>.9H<sub>2</sub>O, yang merupakan bahan baku larutan prekursor mudah terhidroksi sehingga senyawa besi lebih dominan.

#### 3. Hasil analisis data SEM

Film tipis *multilayer* BaFe<sub>10</sub>CoNiO<sub>19</sub> diuji dengan menggunakan alat *Scanning Electron Microscopy* (SEM) untuk mengetahui foto struktur mikro dari sampel yang telah dibuat. Pengambilan foto SEM dilakukan dengan perbesaran 2000x. Foto SEM dilakukan untuk film tipis dengan variasi jumlah lapisan yaitu 1 lapis, 2 lapis, dan 3 lapis seperti pada gambar 4.4. Foto SEM bertujuan untuk mengetahui struktur morfologi dari material film tipis yang telah diuji. Hasil foto SEM yang didapat terlihat bahwa struktur menggumpal, berongga dan memiliki batas butir yang tipis. Hal ini dapat disebabkan oleh tingginya molaritas asam sitrat yang digunakan. Hasil dari film yang terlalu tipis menyebabkan jumlah butir yang terbentuk sangatlah sedikit dan tidak rapat. Foto SEM dari semua sampel

menunjukkan bahwa perbesaran yang digunakan kurang optimal sehingga struktur morfologi sampel tidak terlihat jelas.



Gambar 4.4. Foto SEM film tipis BaFe<sub>10</sub>CoNiO<sub>19</sub> (a) satu lapis, (b) dua lapis, (c) tiga lapis

# 4. Hasil analisis data VSM

Dari hasil uji difraksi sinar-X didapatkan bahwa fasa  $BaFe_{10}CoNiO_{19}$  belum terbentuk, namun terbentuk fasa *Iron Phosphate Hydroxide* (H<sub>1</sub>Fe<sub>1.75</sub>O<sub>5</sub>P<sub>1</sub>). Hal tersebut menunjukkan bahwa hasil sintesis film tipis  $BaFe_{10}CoNiO_{19}$  ini tidak optimal, sehingga pengujian kemagnetan tidak kami lakukan.

- B. Hasil dan pembahasan thick film multilayer BaFe<sub>10</sub>CoNiO<sub>19</sub>
- 1. Preparasi multilayer BaFe<sub>10</sub>CoNiO<sub>19</sub> melalui metode ultrasonic spray pyrolysis

Secara garis besar, cara pembuatan *thick film multilayer* BaFe<sub>10</sub>CoNiO<sub>19</sub> sama dengan *thin film* (film tipis). Namun, untuk pembuatan *thick film* (film tebal) ini terdapat 2 perbedaan, yaitu:

1. Preparasi larutan prekursor

Bila pada preparasi larutan prekursor film tipis, larutan diencerkan dengan menambahkan 10 mL DI *water*, pada pembuatan film tebal ini larutan tidak ditambahkan DI *water* lagi atau dengan kata lain tidak dilakukan pengenceran.

2. Proses penyemprotan

Bila pada proses pembuatan film tipis lama penyemprotan uap kearah substrat selama 60 detik, namun pada pembuatan film tebal ini uap disemprotkan selama 90 detik. Perlakuan seperti ini menghasilkan warna lapisan yang jauh lebih tebal bila dibandingkan dengan film tipis seperti pada gambar 4.5.



Gambar 4.5 Hasil sintesis film tebal BaFe<sub>10</sub>CoNiO<sub>19</sub> (a) satu lapis, (b) dua lapis, (c) tiga lapis

#### 2. Hasil analisis data XRD

Material *thick film multilayer* BaFe<sub>10</sub>CoNiO<sub>19</sub> yang telah melalui proses sintering selanjutnya diuji menggunakan *X-Ray Diffraction* (XRD) dengan *range* sudut  $20^{0}$ - $100^{0}$  dan menggunakan panjang gelombang CuK $\alpha$  sebesar 1,54056 Å. Tujuan dari pengujian XRD ini adalah untuk mengetahui fasa-fasa dan unsur penyusun material tersebut. Langkah selanjutnya sama seperti pengujian material *thin film multilayer* BaFe<sub>10</sub>CoNiO<sub>19</sub>. Hasil yang didapatkan dari pengujian material film tebal BaFe<sub>10</sub>CoNiO<sub>19</sub> menunjukkan bahwa unsur-unsur penyusun dari material ini didominasi oleh *Cobalt ferrite, Nickel Iron Oxide* dan *Barium ferrite*. Selanjutnya, dilakukan proses *refinement* seperti pengujian material *thin film* pada pembahasan sebelumnya.

Gambar 4.6 adalah pola difraksi sinar-X dari material *thick film multilayer* BaFe<sub>10</sub>CoNiO<sub>19</sub>. Pola tersebut menunjukkan fasa *Cobalt ferrite* CoFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub>, *Nickel Iron Oxide* Fe<sub>2,6</sub>Ni<sub>0,4</sub>O<sub>4</sub> dan fasa *Barium ferrite* BaFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub> setelah dilakukan proses identifikasi fasa pada material BaFe<sub>10</sub>CoNi<sub>19</sub>. Pada *thick film* 1 lapis, didapatkan fasa CoFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub> sebanyak 11,5%, fasa Fe<sub>2,6</sub>Ni<sub>0,4</sub>O<sub>4</sub> sebanyak 80,7% dan fasa BaFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub> sebanyak 7,8% dengan nilai *Goodness of Fit* (GoF) sebesar 1,34384. Sedangkan pada *thick film* 2 lapis, didapatkan fasa CoFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub> sebanyak 69,7% dan fasa BaFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub> sebanyak 8,3% dengan nilai *Goodness of Fit* (GoF) sebesar 1,34384. Sedangkan pada *thick film* 2 lapis, didapatkan fasa CoFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub> sebanyak 22,0%, fasa Fe<sub>2,6</sub>Ni<sub>0,4</sub>O<sub>4</sub> sebanyak 69,7% dan fasa BaFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub> sebanyak 8,3% dengan nilai *Goodness of Fit* (GoF) sebesar 1,36897. Dan pada *thick film* 3 lapis, didapatkan fasa CoFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub> sebanyak 9,3% dengan nilai *Goodness of Fit* (GoF) sebesar 1,48466. Ketiga fasa tersebut didapatkan dengan menyesuaikan data standar ICSD nomor 98-006-6759, 98-008-4099 dan 98-006-0662 dengan data hasil yang tertera pada tabel 4.1.

*Goodness of Fit* (GoF) atau uji kecocokkan model merupakan parameter yang mewakili dari indeks kecocokkan. Ketercapaian penghalusan dapat dilihat pada nilai GoF pada masing-masing variasi sampel. Nilai GoF yang semakin kecil, menyatakan bahwa data tersebut memiliki *refinement* dengan tingkat pencocokkan kurva model yang baik yakni dengan nilai GoF yang kurang dari 2. Nilai GoF di bawah 2 merupakan batas yang dapat diterima untuk difraksi sinar-X.

Berdasarkan hasil uji kecocokkan model, disimpulkan bahwa model cukup cocok (*fit*) dengan data penelitian sampel 1,2 dan 3 lapis. *Peak list* yang menunjukkan kecocokkan pola puncak dari data penelitian dengan data ICSD terlampir di lampiran 3. Untuk membuat grafik, digunakan program Bella untuk mendapatkan data keluaran berupa excel, kemudian di-plot dalam program Origin.



Gambar 4.6 Pola difraksi sinar-X dari material *thick film multilayer* BaFe<sub>10</sub>CoNiO<sub>19</sub> dengan variasi jumlah lapisan (a) 1; (b) 2; (c) 3

Analisis data difraksi ini menggunakan metode Rietveld. Analisis Rietveld dapat digunakan secara khusus untuk menentukan parameter kisi secara akurat seperti yang didapatkan pada tabel 4.1. Selanjutnya untuk mencari ukuran kristal dapat ditentukan menggunakan persamaan Debye Scherrer:

$$D = \frac{k\lambda}{\beta\cos\theta} \tag{2.2}$$

Dimana, *D* menyatakan ukuran kristal, *k* menyatakan konstanta Scherrer (0.9),  $\lambda$  menyatakan panjang gelombang sinar-X (1,54056 Å),  $\beta$  sebagai nilai *Full* Width at Half Maximum (FWHM) dari puncak-puncak difraksi sinar-X yang dikoreksi (dalam radian) dan  $\theta$  menyatakan sudut Bragg. FWHM merupakan puncak lebar penuh pada setengah maksimum [8]. Dari perhitungan data yang dibuat dengan mnggunakan persamaan di atas, didapatkan ukuran kristal seperti pada tabel 4.1.

Jumlah	Fasa	d	Posisi	FWHM	D(nm)	d-spacing (Å)		Parameter Kisi (Å)	
lapisan	1 asa	u <sub>hkl</sub>	$2\theta(^{0})$	(°)	D (IIII)	Ref	Obs	Ref	Obs
1			25 4590	0.0405	1694 990		2 52052		a = 5,929991
1		112	35,4589	0,0495	1084,889	2 53156	2,32935	-	c = 14,48611
2			25 1276	0.0002	840 6060		2 52100		a = 5,931805
2	$\operatorname{Core}_2 \operatorname{O}_4$	115	55,4570	0,0992	840,0900	2,33130	2,33100		c = 14,48400
2			25 4252	0.0085	916 6619		2 52117		a = 5,927361
5			55,4552	0,0985	840,0048		2,33117	a = 5,93700	c = 14,50011
1			30,0000	0.0405	1661 864		2 06664	c = 14,5430	a = 5,929991
1			30,0990	0,0495	1001,804		2,90004		c = 14,48611
2	CoEo O	110	30.0508	0.0002	820 1631	2 0685	2 07120		a = 5,931805
2	$C01C_2O_4$	110	50,0508	0,0992	829,1031	2,9005	2,97129		c = 14,48400
3			30.0743	0.0985	925 1016		2 06002		a = 5,927361
5			30,0743	0,0985	855,1010		2,90903		c = 14,50011
				-					
									a = 10,81492
1			33,1186	0,0438	1892,196		2,70944		b = 17,42860
								a = 10,882	c = 9,375769
									a = 10,80420
2	BaFe <sub>2</sub> O <sub>4</sub>	410	33,3506	0,0776	1068,663	2,68765	2,68446	b = 17,347	b = 17,37560
									c = 9,360575
								c = 9,3360	a = 10,80520
3			33,2142	0,0626	1324,262		2,70187		b = 17,32127
									c = 9,372135
	r.	1	r	1	1	r	r		
1			62.7687	0.0337	2761.2910		1.47914		a = b = c
			02,7007	0,0357	2701,2910		1,17711		= 8,368139
2	FeNiO	044	62,7732	0.1105	842,1513	1.47927	1.47904	a = b = c	a = b = c
	10100	011	02,7732	0,1100	3.2,1015	-,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,	-,	= 8,3680	= 8,366067
3			62,7590	0.0985	944.6770		1.48302		$\mathbf{a} = \mathbf{b} = \mathbf{c}$
5			02,1000	0,0705	211,0770		1,10502		= 8,366811

Tabel 4.1.Hasil perhitungan ukuran kristal, d-spacing, dan parameter kisi material thick film multilayer BaFe<sub>10</sub>CoNiO<sub>19</sub>

Hasil yang di atas menunjukkan bahwa semakin banyak jumlah lapisan, semakin menurunkan ukuran kristalnya. Hasil ini berbanding terbalik dengan hasil penelitian M.I. Khan (2016), bahwa peningkatan jumlah lapisan meningkatkan ukuran kristal. Hal ini disebabkan oleh parameter-parameter dalam proses penyemprotan seperti frekuensi penyemprotan dan sudut penyemprotan yang tidak stabil. Selain itu, kondisi larutan prekursor saat penyemprotan pertama mengandung Fe yang lebih banyak sehingga menyebabkan ukuran kristal yang paling besar. Sedangkan kondisi larutan saat penyemprotan kedua dan ketiga mengandung Fe yang lebih sedikit sehingga Co dan Ni sudah lebih tersubstitusi dan menyebabkan ukuran kristal yang lebih kecil. Kenaikan ukuran kristal pada lapisan ketiga disebabkan oleh ketidakstabilan parameter-parameter dalam proses penyemprotan seperti yang telah disebutkan di atas.

#### 3. Hasil analisis data VSM

Pengujian sifat kemagnetan dilakukan menggunakan *Vibrating Sample Magnetometer* (VSM) dalam pengujian ini sampel dipotong untuk menyesuaikan ukuran *holder* pada alat VSM.

Jumlah layer	Kode	Panjang (mm)	Lebar (mm)	Luasan (mm <sup>2</sup> )
1	C1	6,60	7,10	46,86
2	C2	6,60	6,70	44,22
3	C3	6,50	7,00	45,50

Tabel 4.2. Ukuran material film tebal BaFe<sub>10</sub>CoNiO<sub>19</sub> untuk pengujian VSM

Pengukuran telah dilakukan pada posisi arah medan magnet tegak lurus dan sejajar dengan permukaan sampel dan pengukuran dilakukan dalam suhu ruang. Pengukuran pada posisi arah medan magnet tegak lurus terhadap permukaan sampel menghasilkan medan magnetik perpendicular. Sedangkan, pada posisi arah sejajar terhadap permukaan sampel menghasilkan medan magnetik parallel. Hasil pengujian sifat magnet berupa kurva histerisis dapat dilihat pada gambar 4.7. Gambar 4.7 memperlihatkan kurva histerisis dari material film tebal BaFe<sub>10</sub>CoNiO<sub>19</sub> dengan variasi jumlah lapisan yaitu 1 lapis, 2 lapis, 3 lapis yang menghasilkan (a) medan magnetik perpendicular dan (b) sejajar. Besarnya sifat

magnet suatu bahan dapat diketahui melalui kurva histerisis ini, yaitu nilai remanensi (Mr) dan medan koersivitas (Hc). Dari keadaan saturasi dapat diketahui nilai saturasi (Ms) seperti pada tabel 4.3.



Gambar 4.7 Kurva histerisis material BaFe<sub>10</sub>CoNiO<sub>19</sub> untuk medan magnetik (a)perpendicular dan (b)paralel

Pada gambar 4.7 telah terbentuk kurva histerisis yang mana memperlihatkan nilai koersivitas yang merupakan bukti bahwa komposisi BaFe<sub>10</sub>CoNiO<sub>19</sub> telah terbentuk. Dari kurva histerisis, sampel menghasilkan medan magnetik perpendicular dan parallel dengan bentuk yang hampir sama atau dengan kata lain *easy-axis* nya relatif sama. Hal ini mengindikasikan bahwa film tebal ini bersifat isotropi.

Gambar 4.7.a menunjukkan kurva magnetisasi ketiga *thick film* dengan medan aplikasi tegak lurus dengan bidang. Dari gambar tersebut memperlihatkan bahwa *thick film* dengan jumlah 2 lapis (C2-2) menghasilkan saturasi magnetik yang paling tinggi, begitupun dengan aplikasi medan aplikasi sejajar dengan bidang seperti yang ditunjukkan pada gambar 4.7.b. Hal ini dapat dilihat pula pada tabel 4.3.

Kode sampel	Nama sampel	Ms (memu)	Mr (memu)	Hc (kA/m)	Mr/ Ms
C1-2	1 lapis- perpendicular	7,46	2,49	101,6	0,334
C2-2	2 lapis- perpendicular	8,60	2,79	77,5	0,325
C3-2	3 lapis- perpendicular	3,64	1,39	69,6	0,381
C1-3	1 lapis- paralel	6,87	2,65	98,5	0,385
C2-3	2 lapis- parallel	8,34	3,21	69,3	0,386
C3-3	3 lapis- paralel	3,74	1,97	64,6	0,526

Tabel 4.3. Nilai saturasi magnetik, medan koersivitas dan magnetisasi remanen film tebal BaFe<sub>10</sub>CoNiO<sub>19</sub> yang terukur pada suhu ruang

Pada data tabel di atas, didapatkan sampel 2 lapis menghasilkan saturasi magnetik dan magnetisasi remanen yang paling tinggi, dimana hasil ini merupakan hasil yang paling baik. Pada pengujian XRD, didapatkan pula bahwa ukuran kristal yang paling baik adalah sampel 2 lapis. Sehingga, dapat disimpulkan bahwa penurunan ukuran kristal meningkatkan nilai saturasi magnetik ( $M_s$ ) dan nilai magnetisasi remanen ( $M_r$ ) nya.

Fasa barium heksaferit BaFe<sub>12</sub>O<sub>19</sub> memiliki nilai medan koersivitas yang besar sehingga memiliki sifat *hard magnetic*, namun dari hasil yang kami dapatkan nilai koersivitasnya berkurang secara signifikan sehingga dapat bersifat *soft magnetic*. Nicola Spaldin, 2011, menyatakan bahwa *hard magnetic* memiliki nilai koersivitas berkisar 200 kA/m. Dari tabel 4.3 dapat dilihat bahwa nilai koersivitas telah berkurang antara 64,6 sampai dengan 101,6 kA/m, sehingga dapat dikatakan bahwa sintesis film tebal barium heksaferit yang disubstitusi ion Co dan Ni telah berhasil menurunkan nilai medan koersivitas. Nilai koersivitas inipun mengalami penurunan pada peningkatan jumlah lapisan. Hasil penelitian yang dilakukan oleh Sankaranarayanan, tahun 2000, nilai koersivitas (Hc) yang semakin kecil ini disebabkan oleh penurunan ukuran *grain* [27].

# BAB V KESIMPULAN DAN SARAN

#### A. Kesimpulan

- 1. Telah disintesis material *thin* dan *thick film* BaFe<sub>10</sub>CoNiO<sub>19</sub> menggunakan metode *ultrasonic spray pyrolysis*, dengan variasi jumlah lapisan 1,2 dan 3
- 2. Hasil XRD untuk sintesis material *thin film* menunjukkan bahwa unsur-unsur penyusun dari material ini didominasi oleh *Iron Phosphate Hydroxide*. Sedangkan, material *thick film* menghasilkan fasa *Cobalt ferrite*, *Nickel Iron Oxide* dan *Barium ferrite*. Hal ini disebabkan oleh proses sintesis yang tidak sempurna, sehingga menghasilkan fasa pengotor tersebut
- 3. Hasil yang pengukuran ukuran kristal menunjukkan bahwa semakin banyak jumlah lapisan, semakin menurunkan ukuran kristalnya. Hasil ini berbanding terbalik dengan hasil penelitian M.I. Khan (2016), bahwa peningkatan jumlah lapisan meningkatkan ukuran kristal. Hal ini disebabkan oleh parameterparameter dalam proses penyemprotan seperti frekuensi penyemprotan dan sudut penyemprotan yang tidak stabil. Selain itu, perbedaan kondisi larutan prekursor, berupa pengendapan saat penyemprotan pertama, kedua dan ketiga
- 4. Dari kurva histerisis hasil uji VSM diperoleh nilai koersivitas mengalami penurunan pada peningkatan jumlah lapisan
- 5. Penurunan nilai koersivitas disebabkan oleh substitusi Co-Ni. Hal ini dapat dibuktikan dari fasa yang terbentuk
- 6. Penurunan nilai koersivitas menjadikan material *thick film* ini bersifat *soft magnetic*, sehingga material ini dapat diaplikasikan sebagai media perekaman magnetik.

### **B.** Saran

- 1. Untuk proses penyemprotan, sebaiknya alat *nozzle* dirancang dengan posisi tegak lurus terhadap substrat sehingga sudut penyemprotan menjadi lebih konsisten. Hal ini dapat membantu untuk menghasilkan permukaan sampel yang lebih merata
- 2. Pada saat pembuatan larutan prekursor, seharusnya pH larutan dijaga agar tetap di bawah 3 sehingga tidak terbentuk fraksi hidroksi besi Fe(OH)<sub>3</sub>
- 3. Sebaiknya dilakukan pengujian EDX untuk mengetahui jenis dan presentase massa unsur yang membentuk sampel.

# **DAFTAR PUSTAKA**

- Ahmad Awadallah, Sami .H. Mahmood, Yazan Maswadeh, Ibrahim Bsoul, Aynour Aloqaily. *Structural and magnetic properties of Vanadium Doped M-Type Barium Hexaferrite (BaFe*<sub>12-x</sub>V<sub>x</sub>O19). IOP Conf. Series: Materials Science and Engineering 92 (2015) 012006.
- [2] Guk-Hwan An, Tae-Yeon Hwang, Jongryoul Kim, JinBae Kim, Namseok Kang, Seil Kim, Yo-Min Choi, Yong-Ho Choa. Barium hexaferrite nanoparticles with high magnetic properties by salt-assisted ultrasonic spray pyrolysis. Journal of Alloys and Compounds 583 (2014) 146-150.
- [3] Gouzhu Shen, Ming Xu, Zheng Xu. *Double-layer microwave absorber based* on ferrite and short carbon fiber composites. Material Chemistry and Physics 105 (2007) 268-272.
- [4] A. M. Alsmadi, I. Bsoul, S. H. Mahmood, G. Alnawashi, K. Prokes, K. Siemensmeyer, B. Klemke, and H. Nakotte. *Magnetic study of M-type doped barium hexaferrite nanocrystalline particles*. Physics Department, The Hashemite University, 13115 Arqa, Jordan.
- [5] Spaldin, Nicola A. 2003. *Magnetic Materials Fundamentals And Applications*. *Second edition*. Cambridge: Cambridge University.
- [6] Darminto, M. Zainuri, El Indahnia Kamariyah. 2011. Sintesis serbuk barium heksaferit dengan metode kopresipitasi. Jurusan Fisika FMIPA, Institut Teknologi Surabaya, Surabaya 60111.
- [7] H. Pfeiffer, R. W. Chantrell, P. Gornert, W. Schuppel, E. Sinn and M. Rosler. Properties of barium hexaferrite powders for magnetic recording. Journal of Magnetism and Magnetic Materials 125 (1993) 373-376.
- [8] Novizal, A. Manaf, Muhammad Hikam. Effect of Temperature On  $Ba_{(1-x)}Sr_xFe_{11.4}Ti_{(0.3)}Mn_{(0.3)}O_{19}$  (x = 0.3, 0.7) Against Crystallite Size Characterization and Properties of Soft Magnetic. International Journal of Engineering & Technology IJET-IJENS Vol:14 No:01.
- [9] Davis, J.R. 2000. *Nickel, Cobalt, and Their Alloys*. ASM Specialty Handbook, ASM International.
- [10] D. A. Vinnik, D. A. Zherebtsov, L. S. Mashkovtsev, S. Nemrava, A. S. Semisalova, D. M. Galimov, S. A. Gudkova, I. V. Chumanov, L. I. Isaenko, R. Niewa. *Growth, structural and magnetic characterization of Co- and Ni-*

substituted barium hexaferrite single crystal. Journal of Alloys and Compounds 628 (2015) 480-484.

- [11] Sahu, Soumya Ranjan. Synthesis and Characterization of Multilayer Thin Films using Spray Pyrolysis Technique. Thesis, Department of Physics and Astronomy, National Institute of Technology, Rourkela, India.
- [12] A. Nakaruk, D. Ragazzon, C. C. Sorrell. 2010. Anatase thin films by *ultrasonic spray pyrolysis*. Journal of Analytical and Applied Pyrolysis.
- [13] J. Bogovic, S. Stopic, B. Friedrich. *Nanosized metallic oxide produced by Ultrasonic Spray Pyrolysis*. RWTH Aachen University, Aachen, Germany.
- [14] Rizki Dekatama Kristiputra dan Wisdyastuti. Analisa sifat magnetik dan morfologi barium heksaferit dengan variasi fraksi mol ni-zn, dan temperatur sintering dengan metode sol-gel auto combustion. Jurusan Teknik Material dan Metalurgi, Fakultas Teknologi, ITS, Surabaya 60111.
- [15] Aisyah, Siti. 2016. Pengaruh Rasio Mol Fe/Ba Terhadap Pembentukan Fasa Magnetik BaFe<sub>12</sub>O<sub>19</sub> pada Material Lapisan Tipis yang Dibuat Melalui Metode Ultrasonic Spray Pyrolysis. Jurusan Fisika, FMIPA, Universitas Negeri Jakarta, Jakarta.
- [16] Daulay, Syukur. 2012. Pengaruh substitusi Mn pada sifat magnetik barium heksaferit. Jurusan Fisika, FMIPA, Universitas Indonesia, Depok.
- [17] Lutgard C. De Jonghe and Mohamed N. Rahaman. 2003. *Chapter 4.1 Sintering of Ceramics, Handbook of Advanced Ceramics*. Department of Materials Science and Engineering, University of California at Barkeley, and the Lawrence Barkeley National Laboratory, Materials Sciences Division, Barkeley.
- [18] Barbara Slusarek, Kazimierz Zakrzewski. *Magnetic properties of permanent magnets for magnetic sensors working in wide range of temperature*. Tele and Radio Research Institute.
- [19] Pavel Dobis, Jitka Bruestlova, and Milada Bartlova. 2010. CURIE TEMPERATURE IN FERROMAGNETIC MATERIALS AND VISUALIZED MAGNETIC DOMAINS. 3<sup>RD</sup> International Symposium for Engineering Education, University College Cork, Ireland.
- [20] Tatyana Koutzarova, Svetoslav Kolev, Kornely Grigorov, Chavdar Ghelev, Andrej Zaleski, Robert E. Vandenbeghe, Marcel Ausloos, Catherine

Henrist, Rudi Cloots and Ivan Nedkov. *Structural and Magnetic Properties of Nanosized Barium Hexaferrite Powders Obtained by Microemulsion Technique*. Solid State Phenomena Vol. 159 (2010) pp 57-62.

- [21] Sung Yong An, Sang Won Lee, In-Bo Shim, Sung-Roe Yun and Chul Sung Kim. *Barium Hexaferrite Thin Films Prepared by the Sol-Gel Method*. Journal of Magnetics 6(1), 23-26 (2001).
- [22] Handoko, E, et al. 2016. Effect of Co-Ti Substitution on Magnetic Properties of Nanocrystalline  $BaFe_{12}O_{19}$ . ICoSE Conference on Instrumentation, Environment and Renewable Energy (2015), Volume 2016
- [23] Nixon, W. C. 1971. The general principles of scanning electron microscopy. Philosophical Transactions of the Royal Society of London. Series B, Biological Sciences, Vol. 261, No. 837, A Discussion on New Developments in Electron Microscopy with Special Emphasis on their Application in Biology. (May 27, 1971), pp. 45-50.
- [24] Dodrill, B. C. *Magnetic Media Measurements with a VSM*. Lake Shore Cryotronics, Inc. Westerville, Ohio 43082.
- [25] Wesley Burgei, Michael J. Pechan and Herbert Jaeger. 2003. A simple vibrating sample magnetometer for use in a materials physics course. Department of Physics, Miami University, Oxford, Ohio 45056.
- [26] M. I. Khan, et al. 2016. *Characterizations of multilayer ZnO thin films deposited by sol-gel spin coating technique*. Results In Physics.
- [27] V. K. Sankaranarayanan, et al. 2000. Spray pyrolytic deposition of barium hexaferrite thin films for magnetic recording applications. Journal of Magnetism and Magnetic Materials 220 (2000) 72-78.

# LAMPIRAN

# A. LAMPIRAN 1

Perhitungan komposisi bahan  $BaFe_{12-2x}Co_xNi_xO_{19} = 1$  yang direaksikan dengan asam sitrat (CA) dengan perbandingan Ba : Fe : CA sebesar 1 : 8 : 9 mmol. Kami membuat permisalan untuk  $BaFe_{10}CoNiO_{19}$  sebanyak 10 gram yang dilarutkan dalam 200 mL DI *water*.

Diketahui:

Ar Ba = 137,33Ar Fe = 55,85Ar Co = 58,933Ar Ni = 58,71Ar O = 16,00

Perhitungan:

$$Ba = \frac{1}{32} \times Ar \ Ba = \frac{1}{32} \times 137,33 = 4,2916$$
  

$$Fe = \frac{10}{32} \times Ar \ Fe = \frac{10}{32} \times 55,85 = 17,4531$$
  

$$Co = \frac{1}{32} \times Ar \ Co = \frac{1}{32} \times 58,933 = 1,8417$$
  

$$Ni = \frac{1}{32} \times Ar \ Ni = \frac{1}{32} \times 58,71 = 1,8347$$
  

$$O = \frac{19}{32} \times Ar \ O = \frac{19}{32} \times 16,00 = 9,50$$

34,9211

Fraksi berat  $Ba = \frac{4,2916}{34,9211} \times 10 \ gr = 1,2289 \ gr$ 

 $\underline{Ba(NO_3)_2}$ 

$$Ba = \frac{1}{9} \times Ar \ Ba = \frac{1}{9} \times 137,33 = 15,2589$$

$$N = \frac{2}{9} \times 14,007 = 3,1127$$
$$O = \frac{6}{9} \times 16,00 = 10,667$$
Jumlah = 29,0386

Dalam 200 mL, massa Ba(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub> adalah

$$1,2289 \times \frac{29,0386}{15,2589} = 2,3387gr$$

Sehingga dalam 10 mL, massa Ba(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub> adalah

$$\frac{2,3387}{20} = 0,1169 \ gr$$

Perhitungan massa Fe, dengan perbandingan Ba:Fe = 1:8 mmol

Ba = 0,1% mol  
Fe = 0,8% mol  
mol Ba = 
$$\frac{0,117}{Mr} = \frac{0,117}{261,334} = 4,477 \times 10^{-4} mol$$
  
mol Fe = mol Ba × 8 = 4,477 × 10<sup>-4</sup> × 8 = 3,5816 × 10<sup>-3</sup> mol

$$\frac{\text{Ba:Fe(Co,Ni)} = 1:8}{\text{mol Fe}}$$
$$\frac{10}{12} \times 3,5816 \times 10^{-3} = 2,9847 \times 10^{-3}$$
$$\text{mol Co} = \frac{1}{12} \times 3,5816 \times 10^{-3} = 2,9847 \times 10^{-4}$$
$$\text{mol Ni} = \frac{1}{12} \times 3,5816 \times 10^{-3} = 2,9847 \times 10^{-4}$$

 $\underline{\text{Ba:Fe:CA} = 1:8:9 \text{ mmol}}$  $CA. H2O = 9 \text{ mmol} \times Mr = 9 \times 210,14 = 1,891 \text{gr}$ 

Massa senyawa dalam 10 mL:

 $Ba(NO3)2 = 0,117 \ gr$ 

 $Fe(NO3)3.9H2O = 2,9847 \times 10^{-3} \times Mr = 2,9847 \times 10^{-3} \times 403,95$ = 1,2057gr  $Co(NO3)2.6H2O = 2,9847 \times 10^{-4} \times Mr = 2,9847 \times 10^{-4} \times 291,04$ = 0,0869gr  $Ni2SO4.7H2O = 2,9847 \times 10^{-4} \times Mr = 2,9847 \times 10^{-4} \times 280,88$ 

= 0,0838gr

# **B. LAMPIRAN 2**



Gambar 3.2. Neraca digital



Gambar 3.3. Magnetic stirrer



Gambar 3.4. Substrat quartz



Gambar 3.5. Termometer termokopel dan hot plate



Gambar 3.6. USP generator



Gambar 3.7. Furnace



Gambar 3.9. Proses penyemprotan uap ke arah substrat panas



Gambar 3.10. Perubahan warna pada substrat



Gambar 3.8. Perendaman substrat dalam alkohol

# C. LAMPIRAN 3



Peak list dan reference pattern untuk material thin film BaFe<sub>10</sub>CoNiO<sub>19</sub> 1 lapis

Peak list dan reference pattern untuk material thin film BaFe<sub>10</sub>CoNiO<sub>19</sub> 2 lapis



Peak list dan reference pattern untuk material thin film BaFe<sub>10</sub>CoNiO<sub>19</sub> 3 lapis



Peak list dan reference pattern untuk material thick film BaFe<sub>10</sub>CoNiO<sub>19</sub> 1 lapis



Peak list dan reference pattern untuk material thick film BaFe<sub>10</sub>CoNiO<sub>19</sub> 2 lapis



Peak list dan reference pattern untuk material thick film BaFe10CoNiO19 3 lapis



# DAFTAR RIWAYAT HIDUP



**Intan Ayu Rembulan**. Lahir di Jakarta, 26 Februari 1995 dari pasangan Bapak Risman Idris dan Ibu Asniwati sebagai anak pertama dari dua bersaudara.

Mengenyam pendidikan formal dimulai dari TK CITRA (1999 – 2000), SDN Pondok Kopi 03 Pagi Jakarta Timur (2000 – 2006), SMPN 199 Jakarta (2006 – 2009), SMAN 44 Jakarta (2009 – 2012), dan Program Studi Fisika FMIPA Universitas Negeri Jakarta (September 2012 – Maret 2017).

Semasa kuliah penulis pernah menjadi asisten laboratorium Fisika Dasar I, pada tahun 2015 bergabung dengan BPPT di bidang Pusat Teknologi Material dalam menyelesaikan Praktik Kerja Lapangan, dan mengikuti program Kuliah Kerja Nyata (KKN) di Jonggol, Jawa Barat, yang diadakan oleh Universitas Negeri Jakarta. Diluar bidang akademik, penulis pernah bergabung dalam BEM Jurusan Fisika di bidang Kesekretariatan tahun kepengurusan 2012/2013 dan 2013/2014.

Email: intanayurembulan@ymail.com