

Pengaruh Temperatur *Sintering* Terhadap Struktur dan Sifat Magnetik Fe₃O₄-TiO₂ Sebagai Penyerap Gelombang Mikro

Bunga Novia*, Astuti

Laboratorium Fisika Material, Jurusan Fisika
Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Andalas
Kampus Unand Limau Manis, Padang, 25163, Indonesia
*bunganovia4@gmail.com

ABSTRAK

Telah dilakukan sintesis nanopartikel Fe₃O₄-TiO₂ dengan bahan baku batu besi dan TiO₂. Pembuatan nanopartikel Fe₃O₄ disintesis menggunakan metode kopresipitasi dan pembuatan komposit Fe₃O₄-TiO₂ disintesis menggunakan metode *solid state reaction*. Material komposit Fe₃O₄-TiO₂ dengan variasi sintering 400°C, 500°C, 600°C dan 700°C untuk melihat pengaruh temperatur *sintering* terhadap struktur dan sifat magnetiknya. Sampel dianalisis ukuran partikel, ukuran kristal, suseptibilitas magnet dan konduktivitas listrik. Sampel yang telah berbentuk pellet dikarakterisasi dengan alat *X-Ray Diffraction* (XRD) dan LCR meter. Sampel yang masih berbentuk serbuk dikarakterisasi menggunakan alat *Scanning Electron Microscopy* (SEM) dan *Bartington Magnetic Susceptibility*. Hasil karakterisasi menunjukkan bahwa Fe₃O₄-TiO₂ yang disintering pada temperatur 700°C didapatkan partikel terkecil yaitu berkisar antara 3 nm - 75 nm dan ukuran kristal terkecil 66,63 nm. Nilai suseptibilitas paling tinggi didapatkan $4,2 \times 10^{-8} \text{ m}^3/\text{kg}$ dan nilai konduktivitas listrik adalah $9,44 \times 10^{-7} \text{ S/cm}$.

Kata kunci : daya serap gelombang mikro, kopresipitasi, nanopartikel Fe₃O₄, *sintering*, *solid state reaction*, titanium dioksida (TiO₂).

ABSTRACT

Synthesis of Fe₃O₄-TiO₂ nanoparticles was carried out with raw materials of iron and TiO₂. The manufacture of Fe₃O₄ nanoparticles was synthesized using the coprecipitation method and the manufacture of Fe₃O₄-TiO₂ composites was synthesized using the solid state reaction method. Composite material Fe₃O₄-TiO₂ with sintering variation of 400°C, 500°C, 600°C and 700°C to see the effect of sintering temperature on the structural and magnetic properties. Samples were analyzed for particle size, crystal size, magnetic susceptibility and electrical conductivity. Pellet shaped samples were characterized by X-Ray Diffraction (XRD) and LCR meters. Samples that were still in powder form were characterized using a Scanning Electron Microscopy (SEM) and Bartington Magnetic Susceptibility. Characterization result show of Fe₃O₄-TiO₂ the sintering in temperature 700°C. The respectively smallest particles are 3 nm - 75 nm and the crystalline smallest size are 66,63 nm. The high susceptibility value is obtained $4,2 \times 10^{-8} \text{ m}^3/\text{kg}$ and the value of electrical conductivity is $9,44 \times 10^{-7} \text{ S/cm}$.

Keyword : microwave absorption, coprecipitation, Fe₃O₄ nanoparticles, sintering, solid state reaction, titanium dioxide (TiO₂).

I. PENDAHULUAN

Perkembangan teknologi yang sangat cepat menyebabkan sumber radiasi berupa paparan gelombang mikro semakin meningkat. Gelombang mikro merupakan gelombang yang dapat mentransmisikan sinyal dengan kecepatan tinggi. Transmisi gelombang mikro mencakup pengiriman sinyal dari stasiun gelombang ke stasiun lainnya. Salah satu teknologi yang dapat menyerap gelombang mikro adalah *Radar Absorbing Material* (RAM). Dengan menggunakan RAM dapat mengurangi radiasi gelombang mikro yang dideteksi oleh *Radio Detection and Ranging* (RADAR) (Ramadhan dkk, 2018).

Penelitian sebelumnya telah melakukan pengujian yang berkaitan dengan gelombang mikro. Nasution dan Astuti (2012) mensintesis nanokomposit PANi/Fe₃O₄ sebagai penyerap gelombang mikro didapatkan bahwa material tersebut bersifat ferromagnetik dengan nilai suseptibilitas positif. Hasanah dkk (2017) melakukan penelitian mengenai pengaruh temperatur *sintering* terhadap struktur dan sifat magnetik La³⁺ - barium nanoforit sebagai penyerap gelombang mikro. Komposit La³⁺ - barium nanoforit dibuat menggunakan metode *solid state reaction* pada temperatur *sintering* yang berbeda. Hasil yang diperoleh yaitu karakterisasi La³⁺-nanoforit yang disintering pada temperatur 600°C mempunyai kemampuan menyerap gelombang mikro paling baik dengan rata-rata nilai *reflection loss* sebesar -16,2165 dB pada frekuensi 1,86 GHz.

Cara lain untuk mensintesis material nanomagnetik dari pasir besi yaitu menggunakan *template*, seperti *template* PEG-4000 (polietilen glikol). *Template* PEG-4000 digunakan untuk menghambat pertumbuhan partikel. Selain itu, *template* PEG-4000 memiliki sifat yang stabil, mudah bercampur dengan komponen-komponen lain, tidak beracun, dan tidak iritatif. Astuti, dkk (2013) melakukan penelitian mengenai pengaruh temperatur *sintering* terhadap ukuran nanopartikel Fe_3O_4 menggunakan *template* PEG-4000. Berbeda dengan penelitian sebelumnya, penelitian ini menggunakan batu besi sebagai material utamanya dan menggunakan karakterisasi XRD dan SEM. Didapatkan hasil bahwa temperatur optimum yaitu 500°C dengan ukuran partikel 30-80 nm dan ukuran kristal terkecil 83,46 nm.

Penelitian dengan judul pengaruh *sintering* terhadap struktur dan sifat magnetik $\text{Fe}_3\text{O}_4\text{-TiO}_2$ sebagai bahan penyerap gelombang mikro. Dalam penelitian ini digunakan batu besi sebagai material utamanya. Proses mensintesis Fe_3O_4 dari batu besi menggunakan metode kopresipitasi sedangkan untuk membuat komposit $\text{Fe}_3\text{O}_4\text{-TiO}_2$ digunakan metode *solid state reaction*. Metode ini memiliki kelebihan yaitu menggunakan temperatur tinggi sehingga dapat menjaga kemurnian kristal dan mempunyai kristalinitas yang baik. Pada penelitian ini disintesis nanopartikel magnetit (Fe_3O_4) dan dibuat material komposit $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{TiO}_2$ sebagai material penyerap gelombang mikro. Dua paduan material ini mempunyai fungsi sebagai penyerap dielektrik yaitu TiO_2 dan penyerap magnetik yaitu Fe_3O_4 .

II. METODE

2.1 Alat dan Bahan

Alat yang digunakan dalam penelitian ini meliputi, mesin los angeles, *ball mill*, ayakan 200 mesh, magnet permanen, timbangan digital, *magnetic stirrer*, *magnetic bar*, spatula, pipet tetes, gelas ukur, cawan penguap, mortal dan alu, furnace, oven, cetakan pellet, *Scanning Electron Microscope* (SEM), *X-Ray Diffraction* (XRD), *Bartington Susceptibility Magnetic*, LCR meter. Bahan yang digunakan meliputi, batu besi, serbuk besi, larutan HCl, PEG-4000, larutan NH_4OH , TiO_2 , aquades, dan kertas saring.

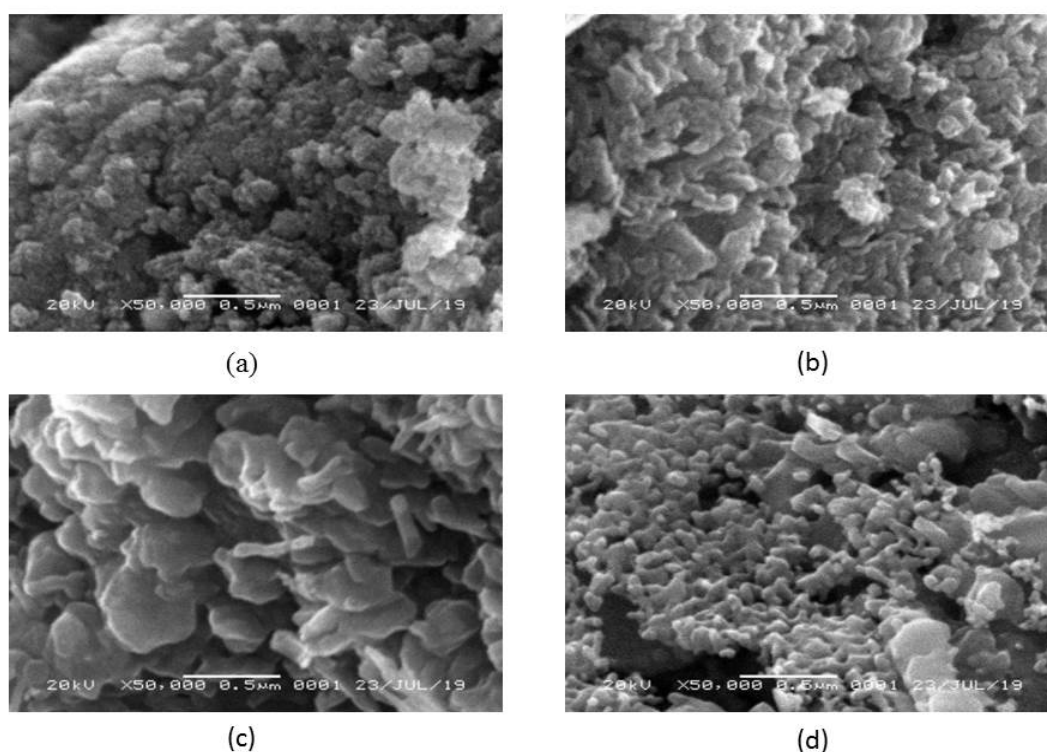
2.2 Tahapan Penelitian

Sampel yang digunakan dalam penelitian ini adalah Fe_3O_4 yang dicampur dengan TiO_2 . Batu besi sebagai bahan utama pembuatan nanopartikel Fe_3O_4 yang disintesis menggunakan metode kopresipitasi. Kemudian HCl, NH_4OH dan PEG-4000 dimasukkan secara bertahap sambil diaduk menggunakan *magnetic stirrer*. Untuk mendapatkan serbuk nanopartikel Fe_3O_4 , endapan dikeringkan dalam *furnance* pada suhu 400°C selama 2 jam dan kemudian diberi perlakuan panas pada temperatur *sintering* 400°C , 500°C , 600°C , dan 700°C . Selanjutnya sebanyak 0,2 gram serbuk $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{TiO}_2$ dimasukkan sebagai bahan pengisi (*filler*). Campuran ini dipadatkan dengan menggunakan metode *solid state reaction*. Serbuk tersebut dimasukkan kedalam cetakan kemudian diperoleh bentuk material pellet. Kemudian dikalsinasi dalam oven pada suhu 100°C selama 2 jam. Tahap terakhir dari penelitian ini adalah menguji sampel dengan menggunakan alat *Scanning Electron Microscopy* (SEM), *X-Ray Diffraction* (XRD), *Bartington Magnetic Susceptibility*, LCR meter masing-masing untuk menentukan ukuran partikel, ukuran kristal, susceptibilitas magnet dan konduktivitas listrik suatu bahan dari material magnetik yang diperoleh.

III. HASIL DAN DISKUSI

3.1 Karakterisasi *Scanning Electron Microscopy* (SEM)

Karakterisasi SEM digunakan untuk melihat morfologi permukaan dari nanopartikel Fe_3O_4 dengan perbesaran 50.000x. Hasil SEM pada variasi temperatur 400°C , 500°C , 600°C , dan 700°C dapat dilihat pada Gambar 1.

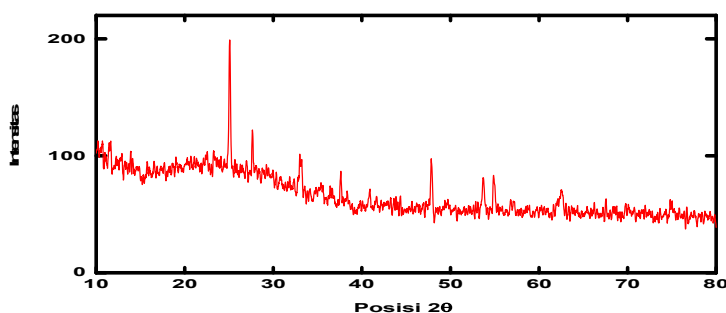


Gambar 1 Hasil uji SEM nanopartikel Fe_3O_4 dengan temperatur sintering (a)400°C (b)500°C (c)600°C (d)700°C

Gambar 1 (a) menunjukkan bahwa distribusi ukuran partikelnya tidak seragam dan banyak partikel yang menggumpal. Berdasarkan hasil pengukuran didapatkan ukuran partikel Fe_3O_4 pada rentang 3 nm - 94 nm. Gambar 1 (b) hasil SEM menunjukkan bahwa pada temperatur 500°C bentuk morfologi Fe_3O_4 lebih jelas dibandingkan pada temperatur 400°C dengan ukuran partikel berada pada rentang antara 3 nm - 79 nm. Gambar 1 (c) menjelaskan bentuk morfologi Fe_3O_4 dengan temperatur sintering 600°C tidak seragam dan banyak terdapat gumpalan dengan ukuran 3 nm - 95 nm. Gambar 1 (d) menjelaskan bentuk morfologi Fe_3O_4 yang seragam dengan ukuran partikel berada pada rentang antara 3 nm - 75 nm. Dari hasil SEM dapat disimpulkan bahwa semakin tinggi temperatur sintering maka ukuran partikel Fe_3O_4 semakin kecil.

3.2 Karakterisasi *X-Ray Diffraction* (XRD)

Karakterisasi *X-Ray Diffraction* (XRD) digunakan dalam mengidentifikasi fasa dan ukuran kristal dari material $\text{Fe}_3\text{O}_4\text{-TiO}_2$. Hasil dari data XRD yang diperoleh berupa puncak-puncak pola difraksi. Hasil pengolahan pola difraksi temperatur 500°C ditunjukkan pada Gambar 2.



Gambar 2 Hasil uji XRD material $\text{Fe}_3\text{O}_4\text{-TiO}_2$ temperatur sintering 500°C

Berdasarkan hasil XRD didapatkan 6 fasa pada $Fe_3O_4-TiO_2$ yaitu *anatase* (O_2Ti), *Gudmundite* ($FeSSb$), *Hematite, syn* (Fe_2O_3), *Magnetite* (Fe_3O_4), *Magnetite, syn* (Fe_3O_4), dan *Titanomagnetite, syn* ($Fe_{2.5}O_4Ti_{0.5}$). Fasa-fasa yang terbentuk pada puncak pola hasil analisa XRD dicocokkan dengan data ICDD (PDF number 01-071-1169) yang menunjukkan bahwa fasa *anatase* (O_2Ti) memiliki struktur kristal *tetragonal* dengan puncak tertinggi berada pada sudut $2\theta = 74,152^\circ$ dengan ukuran kristal 66,63 nm.

Disamping itu fasa *Gudmundite* ($FeSSb$) memiliki struktur kristal *monoclinic* yang berada pada sudut $2\theta = 62,530^\circ$ dengan ukuran kristal 71,08 nm. Fasa *Hematite, syn* (Fe_2O_3) memiliki struktur kristal *rhomboheral* yang berada pada sudut $2\theta = 33,099^\circ$ dengan ukuran kristal 40,76 nm. Fasa *Magnetite* (Fe_3O_4) memiliki struktur kristal *cubic* yang berada pada sudut $2\theta = 78,7965^\circ$ dengan ukuran kristal 84 nm. Fasa *Titanomagnetite, syn* ($Fe_{2.5}O_4Ti_{0.5}$) memiliki struktur kristal *cubic* yang berada pada sudut $2\theta = 27,632^\circ$ dengan ukuran kristal 66,96 nm.

3.3 Karakterisai *Magnetic Susceptibility*

Karakterisasi ini digunakan dalam menentukan sifat magnetik bahan yang diperoleh dari nilai suseptibilitas magnetnya. Hasil data suseptibilitas magnet yang diperoleh dapat dilihat pada Tabel 1.

Tabel 1 Suseptibilitas Magnet

No.	Sampel	Suseptibilitas Magnet (10-8 m3/kg)
1	400°C	-61,0
2	500°C	-107,9
3	600°C	-12,2
4	700°C	4,2

Nilai suseptibilitas yang didapatkan pada temperatur sintering 400°C, 500°C, dan 600°C bernilai negatif yang berarti material ini bersifat diamagnetik. Berdasarkan tabel terlihat bahwa terjadi pergeseran nilai suseptibilitas dengan kenaikan temperatur sintering. Nilai suseptibilitas pada temperatur sintering 700°C adalah $4,2 \times 10^{-8} \text{ m}^3/\text{kg}$, hal ini mengindikasikan material bersifat paramagnetik. Material diamagnetik maupun paramagnetik termasuk material non magnetik dalam penyerapan gelombang mikro. Material non magnetik dapat diaplikasikan sebagai material penyerap gelombang mikro, yaitu sebagai penyerap dielektrik.

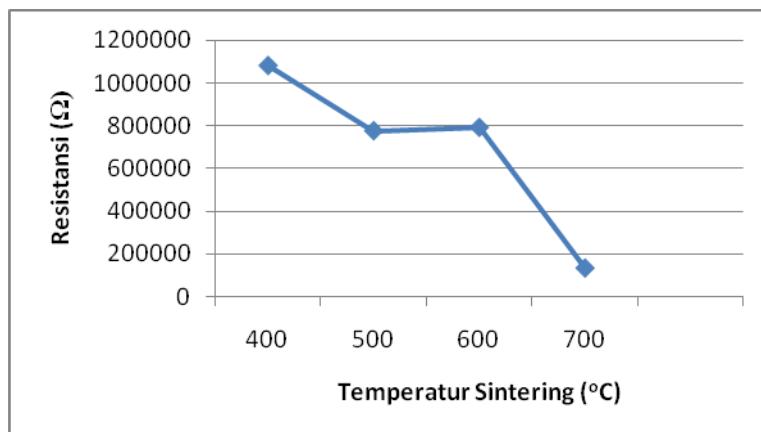
3.4 Karakterisasi Konduktivitas Listrik

Pengujian sifat listrik dalam penelitian ini dilakukan dengan menggunakan alat LCR meter TH 2820. Nilai konduktivitas masing-masing sampel dapat dihitung menggunakan nilai resistansi yang terukur dan dapat dilihat pada Tabel 2.

Tabel 2 Data nilai konduktivitas $Fe_3O_4-TiO_2$

Sampel	Variasi Temperatur	Resistansi (kΩ)	Konduktivitas $\times 10^{-7} \text{ (S/cm)}$
1	400°C	1080,75	1,18
2	500°C	776,3	1,64
3	600°C	791,83	1,61
4	700°C	134,88	9,44

Berdasarkan Tabel 2 didapatkan nilai konduktivitas tertinggi pada temperatur 700°C sebesar $9,44 \times 10^{-7} \text{ S/cm}$ dengan frekuensi 1000 Hz. Hal ini disebabkan oleh semakin besar nilai resistansi maka semakin besar nilai konduktivitas yang dihasilkannya. Hubungan nilai resistansi dengan perubahan temperatur sintering dapat dilihat pada Gambar 3.



Gambar 3 Grafik nilai resistansi material $\text{Fe}_3\text{O}_4\text{-TiO}_2$ terhadap perubahan temperatur sintering

Gambar 3 menunjukkan bahwa material $\text{Fe}_3\text{O}_4\text{-TiO}_2$ dengan temperatur sintering 400°C memiliki nilai resistansi sebesar $1.080,75 \text{ k}\Omega$ dengan frekuensi 1000 Hz . Pada temperatur sintering 500°C nilai resistansi material $\text{Fe}_3\text{O}_4\text{-TiO}_2$ menurun menjadi $776,3 \text{ k}\Omega$. Hal ini dipengaruhi oleh ukuran partikel yang tidak seragam dengan kenaikan temperatur *sintering*, seperti yang terlihat dari hasil SEM pada Gambar 1. Pada temperatur sintering 600°C nilai resistansi material $\text{Fe}_3\text{O}_4\text{-TiO}_2$ naik dengan nilai $791,83 \text{ k}\Omega$, hal ini disebabkan karena partikel berukuran besar dengan rentang $3 \text{ nm} - 95 \text{ nm}$. Sedangkan pada temperatur sintering 700°C nilai resistansi material $\text{Fe}_3\text{O}_4\text{-TiO}_2$ turun menjadi $134,88 \text{ k}\Omega$, karena ukuran partikel sangat kecil berkisar antara $3 \text{ nm} - 75 \text{ nm}$.

Dari nilai resistansi, dapat dihitung nilai konduktivitas listrik suatu bahan. Berdasarkan nilai konduktivitasnya, $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{TiO}_2$ ini berada pada rentang sifat isolator yang nilainya kecil dari 10^4 S/m , sehingga material ini cocok digunakan sebagai bahan penyerap dielektrik.

IV. KESIMPULAN

Berdasarkan pengujian dan analisis yang telah dilakukan, maka dapat disimpulkan bahwa temperatur sintering berpengaruh terhadap ukuran partikel, dimana temperatur optimum diperoleh pada 700°C dengan ukuran partikel kecil dari 75 nm . Suseptibilitas sampel bernilai negatif hal ini menunjukkan bahwa material yang terkandung pada sampel merupakan material diamagnetik, kecuali pada temperatur sintering 700°C . Dimana nilai suseptibilitasnya positif yang mengindikasikan material tersebut paramagnetik. Nilai konduktivitas listrik tertinggi didapatkan pada temperatur 700°C sebesar $9,44 \times 10^{-7} \text{ S/cm}$.

DAFTAR PUSTAKA

- Astuti, Claudia, G., Noraida, Ramadhani, M., Synthesis of Fe_3O_4 Nanoparticles from Ironstone Prepared by Polyethylene Glycol 4000, *Makara Journal of Science*, **17**(2), 2013.
- Hasanah, S.U., Widanarto, W. dan Sunardi., Effendi, M., Pengaruh Temperatur *Sintering* Terhadap Struktur dan Sifat Magnetik La^{3+} - Barium Nanoforit Sebagai Penyerap Gelombang Mikro, *Indonesian Journal of Applied Physics*, **7**(91), 2017.
- Mahardika, P.A., Kajian Sifat Magnetik (Fe_3O_4) Hasil Penumbuhan dengan Metode Presepitasi Berbahan Dasar Pasir Besi, *Tesis*, Program Megister Fisika Institut Teknologi, Bandung, 2008.
- Nasution, E.Y. dan Astuti., Sintesis Nanokomposit $\text{PANI}/\text{Fe}_3\text{O}_4$ Sebagai Penyerap Magnetik pada Gelombang Mikro, *Jurnal Fisika Unand*, **1**(1), 2012.
- Ramadhan, M.I., Widanarto, W., Sunardi., Pengaruh Temperatur Sintering Terhadap Struktur dan Sifat Magnetik Ni^{2+} - Barium Ferit sebagai Penyerap Gelombang Mikro, *Jurnal Teras Fisika*, **1**(1), 2018.