

26.434/H/06.

TESIS



**S FERIT SPINEL MFe_2O_4 (M = Fe, Ni, Zn) NANOKRISTALIN
DAN METODE KOPRESIPITASI DAN KARAKTERISASINYA**

Oleh :

A SYAMSUL HADI

NRP : 11 04 201 025



RTFi
538.45
Had
5-1
2006

PERPUSTAKAAN ITS	
Tgl. Terima	20 - 2 - 06
Terima Dari	H
No. Agenda Prp.	774707

**NTESIS FERIT SPINEL MFe_2O_4 (M = Fe, Ni, Zn) NANOKRISTALIN
ENGAN METODE KOPRESIPITASI DAN KARAKTERISASINYA**

**Tesis disusun untuk memenuhi salah satu syarat memperoleh gelar
Magister Sains (M.Si.)
di
Institut Teknologi Sepuluh Nopember Surabaya**

Oleh :

**A SYAMSUL HADI
NRP. 1104 201 025**

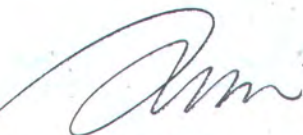
Disetujui oleh Tim Penguji Tesis :

**Tanggal Ujian :
3 Februari 2006**

**Periode Wisuda :
Maret 2006**



**Dr. Darminto, M.Sc.
NIP. 131 651 435**



**Drs. Suminar Pratapa, M.Sc., Ph.D.
NIP. 131 879 382**

Direktur Program Pascasarjana



KATA PENGANTAR

Puji syukur kami panjatkan kehadirat Allah SWT atas rahmat, taufiq dan hidayah-Nya, sehingga kami dapat menyelesaikan penulisan tesis yang berjudul **"Sintesis Ferit Spinel MFe_2O_4 ($M = Fe, Ni, Zn$) Nanokristalin Dengan Metode Kopersipitasi Dan Karakterisasinya"**. Tesis ini disusun sebagai salah satu persyaratan untuk menyelesaikan Program Studi Magister (S2) pada Jurusan Fisika, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Institut Teknologi Sepuluh Nopember Surabaya.

Rasa terima kasih seiring dengan ketulusan dan kerendahan hati, penulis sampaikan yang sedalam-dalamnya kepada :

1. Y.M.M. Ayahanda Guru Prof. Dr. S.S. Kadirun Yahya M.A., M.Sc. sebagai pembimbing rohani kami.
2. Bapak Muchji dan Ibu Parminingsih yang teramat berjasa membesarkan dan mendidik kami beriring do'a dan kasih sayangnya.
3. Istri terkasih Insanul Karimah dan Ananda tersayang Alfais Nurdin Hamid yang telah mendukung baik material maupun spiritual.
4. Bapak Dr. Darminto, M.Sc, selaku Dosen Pembimbing Tesis dan Dosen Wali, atas segala bimbingan dan masukan yang diberikan kepada kami.
5. Bapak Dr. rer-nat Triwikantoro, M.Sc, selaku Ketua Jurusan Fisika, FMIPA ITS.
6. Seluruh Staf dan Karyawan di lingkungan Jurusan Fisika, FMIPA ITS.

9. Bapak Direktur Jenderal Pendidikan Menengah Kejuruan yang telah memberi bantuan beasiswa kepada kami.
10. Bapak Drs. H. Adi Priyono selaku Kepala SMK Negeri I Bangil Pasuruan yang telah memberi bantuan serta ijin untuk melanjutkan studi.
11. Bapak/Ibu Guru, Staf dan Karyawan SMK Negeri I Bangil Pasuruan yang telah memberi semangat dan do'a, serta Almarhum Bapak Drs. Moh. Sakim yang telah menjelaskan teori kimia.
12. Pengurus Yayasan, Bapak/Ibu Guru, Staf dan Karyawan SLTP/SMU Avisena Kedung Cangkring Sidoarjo serta Bapak/Ibu Guru, Staf dan Karyawan SLTP Negeri II Krembung Sidoarjo yang telah memberi semangat dan do'a.
13. Bapak H. Jusbakir Aldjufri, S.H., M.M. selaku Bupati dan Bapak H. Muzamil Syafi'i, S.H., M.Si. selaku Wakil Bupati Kabupaten Pasuruan yang telah memberi bantuan dan ijin untuk melanjutkan studi ke ITS Surabaya.
14. Bapak Drs. H. Bambang Pudjiono, M.Si. selaku Kepala Dinas Pendidikan dan Kebudayaan Kabupaten Pasuruan beserta Staf dan Karyawannya yang membantu dan mengijinkan untuk melanjutkan studi ke ITS Surabaya.
15. Seluruh rekan mahasiswa S2 Fisika ITS terutama angkatan 2004 senasib dan seperjuangan yang telah mendukung penyelesaian tesis ini.

Semoga Allah SWT memberi berkah dan ilmu yang manfaat serta pahala yang berlimpah. Kami menyadari bahwa tulisan ini masih jauh dari kesempurnaan, untuk

SINTESIS FERIT SPINEL MFe_2O_4 ($M = Fe, Ni, Zn$) NANOKRISTALIN DENGAN METODE KOPRESIPITASI DAN KARAKTERISASINYA

Nama : A. Syamsul Hadi
NRP : 11 04 201 025
Pembimbing : Dr. Darminto, M.Sc.

ABSTRAK

Ferit spinel Fe_3O_4 , $NiFe_2O_4$, $ZnFe_2O_4$, dan $Ni_{0.5}Zn_{0.5}Fe_2O_4$ nanokristalin telah berhasil disintesis dengan metoda kopresipitasi yang menggunakan pelarut HNO_3 dan $NaOH$. Serbuk hasil pengendapan selanjutnya dikalsinasi pada suhu $450^\circ C$ dan $600^\circ C$ selama 1 jam, yang menghasilkan fasa spinel dengan fraksi volume antara 31,4 – 88,6 % dan ukuran kristal 15 – 45 nm berdasarkan hasil pengukuran difraksi sinar-X. Pertumbuhan fasa spinel disertai terbentuknya fasa impuritas Fe_2O_3 . Dari pengamatan SEM diketahui bahwa ukuran partikel serbuk rerata 294 nm. Sementara dari pengukuran magnetik diperoleh hasil bahwa induksi magnet remanen terbesar $B_r = 0,12$ kG/gr dan medan koersivitas $H_c = 0,08$ kOe/gr dicapai oleh kristal $Ni_{0.5}Zn_{0.5}Fe_2O_4$, sedangkan nilai minimum dari $B_r = 0$ kG/gr dan $H_c = 0,002$ kOe/gr ditunjukkan oleh kristal $ZnFe_2O_4$.

Kata kunci : Ferit Spinel MFe_2O_4 , Nanokristalin, Kopresipitasi.

Synthesis Spinel Ferrites MFe_2O_4 (M=Fe, Ni, Zn) Nanocrystallin With Coprecipitation method and Characterization

Name : A Syamsul Hadi
NRP : 11 04 201 025
Supervisor : Dr. Darminto, M.Sc.

ABSTRACT

The nanocrystalline Fe_3O_4 , $NiFe_2O_4$, $ZnFe_2O_4$, and $Ni_{0.5}Zn_{0.5}Fe_2O_4$ spinel ferrites have been successfully synthesized by using coprecipitation method, employing the solvents of HNO_3 and $NaOH$. The precipitated powders were then calcinated at $450^\circ C$ and $600^\circ C$ for 1 hour. The resulted powders exhibited the spinel phase with volume fraction ranging from 31.4 – 88.6 % and with crystal size of 15 – 45 nm according to the XRD examinations. The impurity phase was also identified to be Fe_2O_3 . From the SEM image, the ferrites powders have the average size of around 294 nm. Meanwhile, The highest remnant magnetic induction $B_r = 0,12$ kG/gr and coercive field $H_c = 0,08$ kOe/gr is achieved by the $Ni_{0.5}Zn_{0.5}Fe_2O_4$ crystal, whereas the minimum ones ($B_r = 0$ kG/gr, $H_c = 0,002$ kOe/gr) is shown by the $ZnFe_2O_4$ crystal.

Keywords : *Spinel Ferrites MFe_2O_4 , Nanocrystallin, Coprecipitation.*

DAFTAR ISI

	Hal
HALAMAN JUDUL	i
LEMBAR PENGESAHAN	ii
KATA PENGANTAR	iii
ABSTRAK	v
DAFTAR ISI	vii
DAFTAR GAMBAR	ix
DAFTAR TABEL	x
BAB I. PENDAHULUAN	1
1.1. Latar Belakang	1
1.2. Tujuan Penelitian	2
1.3. Perumusan Masalah	3
1.4. Batasan Masalah	3
1.5. Sistematika Penulisan	4
BAB II. TINJAUAN PUSTAKA	5
2.1. Bahan Ferrimagnetik	5
2.2. Sifat Kemagnetan Bahan	7
2.3. Titik Jenuh Magnetisasi	10
2.4. Metode Pembuatan Magnet	11
BAB III. METODE PERCOBAAN	14
3.1. Bahan	14
3.2. Peralatan	14
3.3. Percobaan	15
3.4. Karakterisasi Bahan Uji	19

4.4. Pengaruh Doping Pada Struktur Mikro Ferit Spinel MFe_2O_4 35

BAB V. KESIMPULAN DAN SARAN 39

3.1. Kesimpulan 39

3.2. Saran 39

DAFTAR PUSTAKA 40

LAMPIRAN

DAFTAR GAMBAR

Hal

Gambar 2.1. Struktur kubik ferit (a) posisi atom dalam kristal tetrahedral (b) posisi atom dalam oktahedral (c) gabungan tetrahedral dan oktahedral (d) kubus spinel	6
Gambar 2.2. Kurva magnetisasi: (a) Induksi awal B versus medan magnet H, (b) Loop histerisis magnet lunak, (c) Loop histerisis magnet keras.....	8
Gambar 2.3. Hubungan induksi magnet B dengan medan magnet H	9
Gambar 3.1. Diagram alir langkah kerja	15
Gambar 4.1. Pola XRD untuk kalsinasi serbuk ferit Fe_3O_4 pada suhu (a) 450°C dan (b) 600°C	23
Gambar 4.2. Pola XRD untuk kalsinasi serbuk ferit NiFe_2O_4 pada suhu (a) 450°C dan (b) 600°C	24
Gambar 4.3. Pola XRD untuk kalsinasi serbuk ferit ZnFe_2O_4 pada suhu (a) 450°C dan (b) 600°C	24
Gambar 4.4. Pola XRD untuk kalsinasi serbuk ferit $\text{Ni}_{0.5}\text{Zn}_{0.5}\text{Fe}_3\text{O}_4$ pada suhu (a) 450°C dan (b) 600°C	25
Gambar 4.5. Pola XRD tentang pertumbuhan fasa serbuk ferit (a) Fe_3O_4 , (b) NiFe_2O_4 , (c) ZnFe_2O_4 dan (d) $\text{Ni}_{0.5}\text{Zn}_{0.5}\text{Fe}_2\text{O}_4$ untuk kalsinasi pada suhu 450°C	29
Gambar 4.6. Pola XRD tentang pertumbuhan fasa serbuk ferit (a) Fe_3O_4 , (b) NiFe_2O_4 , (c) ZnFe_2O_4 dan (d) $\text{Ni}_{0.5}\text{Zn}_{0.5}\text{Fe}_2\text{O}_4$ untuk kalsinasi pada suhu 600°C	29
Gambar 4.7. Kurva kemagnetan untuk kalsinasi serbuk ferit Fe_3O_4 pada suhu 600°C	30
Gambar 4.8. Kurva kemagnetan untuk kalsinasi serbuk ferit $\text{Ni}_{0.5}\text{Zn}_{0.5}\text{Fe}_2\text{O}_4$ pada	

Gambar 4.10. Kurva kemagnetan untuk kalsinasi serbuk ferit (a) Fe_3O_4 , (b) NiFe_2O_4 , (c) ZnFe_2O_4 dan (d) $\text{Ni}_{0,5}\text{Zn}_{0,5}\text{Fe}_2\text{O}_4$ untuk kalsinasi pada suhu 600 °C	31
Gambar 4.11. Hasil SEM untuk kalsinasi serbuk ferit Fe_3O_4 pada suhu 450 °C.....	35
Gambar 4.12. Hasil SEM untuk kalsinasi serbuk ferit NiFe_2O_4 pada suhu 450 °C...36	
Gambar 4.13. Hasil SEM untuk kalsinasi serbuk ferit ZnFe_2O_4 pada suhu 450 °C...36	
Gambar 4.14. Hasil SEM untuk kalsinasi serbuk ferit $\text{Ni}_{0,5}\text{Zn}_{0,5}\text{Fe}_2\text{O}_4$ pada suhu 450 °C	37

DAFTAR TABEL

	Hal
Tabel 2.1. Distribusi ion dan momen magnet setiap molekul pada beberapa ferit ...	10
Tabel 3.1. Komposisi bahan terlarut dan bahan pelarut	17
Tabel.4.1.Hasil Analisis Kuantitatif dan Kualitatif Fasa Spinel	26
Tabel.4.2.Besar induksi magnet remanen (B_r), medan koersifitas (H_{cB}), dan pemagnetan maksimum (H_{max}) pada kalsinasi 450 °C dan 600 °C.....	32
Tabel.4.3.Data ukuran butir serbuk untuk kalsinasi 450°C dan 600°C	38



BAB I
PENDAHULUAN

BAB I

PENDAHULUAN

1.1.Latar Belakang

Ferit merupakan bahan magnetik yang mempunyai sifat khas kemagnetan yang dapat dikendalikan melalui doping dan memiliki sifat-sifat lain yaitu keras, rapuh, tahan terhadap panas dan zat kimia, mempunyai hambatan jenis listrik yang tinggi, serta banyak digunakan dalam bidang elektronika (Othmer, 1965). Ferit dengan doping Ni dan Zn mempunyai sifat magnet yang tereduksi dan nilai hambatan tinggi. Hambatan listrik tinggi dan sifat magnetisasi yang baik membuat ferit ini menjadi sebuah material dasar yang potensial untuk bahan transformator pada aplikasi elektronik dan telekomunikasi. Pada umumnya ferit diproduksi dengan proses konvensional keramik yang melibatkan suhu tinggi (Kumar, A.dkk, 1995).

Ferit yang bahan umumnya berupa oksida logam banyak sekali digunakan, menurut penggolongannya sebagai berikut (Surdia dan Saito, 2000):

- Bahan magnetik lunak, meliputi; bahan inti magnetik frekuensi tinggi, bahan memori magnetik, bahan magnetik untuk gelombang mikro, bahan magnetostriksi, bahan untuk head magnetik, ferit yang sensitif temperatur, dan bahan untuk pemercepat partikel.

- Bahan magnetik keras, meliputi; corong suara, fone kepala penerima, alat akustik, magnetron, pemandu gelombang mikro, ampermeter, voltmeter, motor kecil,

- Bahan perekam magnetik untuk merekam suara, gambar dan informasi.

Dalam perkembangannya, ferit disintesis dengan cara : metode oksida, metode dekomposisi, metode pengendapan hidroksida, metode pengendapan oksalat (Sumardi dkk, 1981), metode hidrotermal (Wang, H.W. dan Kung, S.C., 2003) dan metode kopresipitasi ((Pudjaatmaka,A.H., 1989), (Khopkar, 2003), (Jolivet, J.P., 2004)). Proses sintesis ini memungkinkan untuk menghasilkan serbuk dengan ukuran kristal < 100 nm. Dengan demikian cara-cara yang bersangkutan merupakan teknik penyiapan sampel nanokristalin.

Dibandingkan dengan metode konvensional keramik, metode kopresipitasi mempunyai keunggulan yaitu proses pengendapannya sangat sederhana sehingga memudahkan dalam pemisahannya. Pada temperatur rendah, kelarutan zat diharapkan dapat melewati masa larutan jenuh di mana konsentrasi zat terlarut lebih besar dibandingkan keadaan kesetimbangan sistem yang akan menghasilkan pembentukan inti kristal.

Berdasarkan manfaat dan keunggulan metode sintesis tersebut di atas, dalam penelitian ini akan dilakukan sintesis ferit spinel MFe_2O_4 ($M = Fe, Ni, Zn$) nanokristal dengan menggunakan metode kopresipitasi. Cara pembuatan ferit ini dipilih karena merupakan salah satu metode sederhana berdasarkan daya larut zat pada pelarut ideal dalam proses termodinamika yang efisien dan efektif (Bruno, 1998).

2. Melakukan kalsinasi serbuk pada suhu yang jauh di bawah suhu sintering ($\leq 600^{\circ}\text{C}$) dalam proses reaksi padat (konvensional) untuk membentuk fasa spinel dan memperbesar ukuran kristalnya.
3. Mempelajari pengaruh doping (M) pada pembentukan fasa spinel, pertumbuhan kristal dan sifat kemagnetannya.

1.3. Perumusan Masalah

Penelitian ini akan mempelajari bagaimana proses sintesis untuk memperoleh serbuk magnetik dengan ukuran kristal < 100 nm., menggunakan metode kopresipitasi. Bagaimana pengaruh kalsinasi serbuk pada suhu yang jauh di bawah suhu sintering ($\leq 600^{\circ}\text{C}$) dalam proses reaksi padat (konvensional) dapat membentuk fasa spinel dan memperbesar ukuran kristalnya. Selain itu, juga akan dipelajari bagaimana pengaruh doping (M) pada pembentukan fasa spinel, pertumbuhan kristal dan sifat kemagnetannya.

1.4. Batasan Masalah

Untuk memfokuskan pembahasan, maka penelitian ini menggunakan metode kopresipitasi dalam proses pembuatan serbuk magnetik dengan ukuran kristal < 100 nm melalui proses kalsinasi serbuk pada suhu 450°C dan 600°C . Sebagai bahan doping dipilih $M = \text{Fe}, \text{Ni}$ dan Zn dengan fraksi molar $x = 0, 0,5$ dan 1 .

1.5. Sistematika Penulisan

ferrimagnetik, sifat magnet, titik jenuh magnetisasi dan metode pembuatan magnet .
Bab III memaparkan metode percobaan yang berisi preparasi bahan dan peralatan serta langkah percobaan yang digunakan. Bab IV ditampilkan hasil percobaan dan pembahasan, dan sebagai penutup Bab V merupakan kesimpulan dan saran yang didapat dari penelitian ini.



BAB II
TINJAUAN PUSTAKA

BAB II

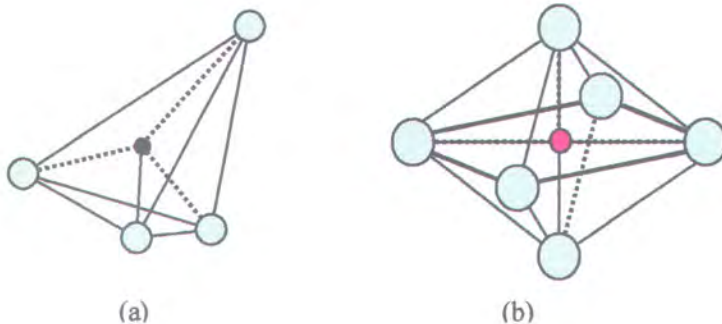
TINJAUAN PUSTAKA

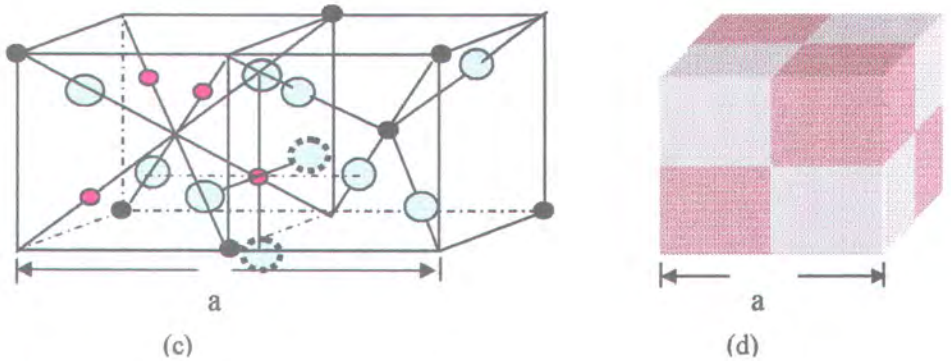
2.1. Bahan Ferrimagnetik




Bahan ferit dalam pembuatannya ditentukan oleh metode/cara dan kondisi yang digunakan. Cara dan kondisi ini sangat mempengaruhi sifat-sifat produk akhir yang diperoleh. Oleh sebab itu cara pembuatan ferit banyak menjadi perhatian orang untuk diteliti lebih lanjut demi perkembangan sains dan teknologi bahan magnetik.

Berdasarkan struktur kristalnya, ferit yang termasuk ke dalam bahan ferrimagnetik dapat digolongkan menjadi 2 kelompok yaitu:

1. Kubik dengan rumus umum $MO \cdot Fe_2O_3$ atau MFe_2O_4 , di mana M adalah ion logam divalen seperti Mn, Ni, Fe, Co, Mg dan Zn, sehingga struktur kubus ini sering disebut sebagai susunan spinel.
2. Heksagonal dengan rumus umum seperti barium ferit $Ba \cdot O \cdot 6Fe_2O_3$ yang dikenal dengan magnetik keras (Cullity, 1992). Hal ini dapat dilihat pada Gambar 2.1.





-  : Ion Oksigen
-  : Ion metal dalam Oktahedral
-  : Ion metal dalam Tetrahedral

Gambar 2.1. Struktur kubik ferit (a) posisi atom dalam kristal tetrahedral (b) posisi atom dalam oktahedral (c) gabungan tetrahedral dan oktahedral (d) kubus spinel

Ferit mempunyai struktur kristal spinel dengan unit sel $M_8Fe_{16}O_{32}$. Kation-kationnya dikelilingi oleh atom-atom oksigen secara oktahedral dan tetrahedral. Apabila semua kation divalen berada dalam kedudukan tetrahedral maka dinamakan spinel normal. Apabila semua kedudukan tetrahedral ditempati oleh kation trivalen bersama-sama dengan kation trivalen lainnya, maka spinel yang demikian disebut spinel inversi (*inverse spinel*). Ferit yang mempunyai struktur spinel normal tidak magnetik, sedangkan yang mempunyai spinel inversi bersifat magnetik. Jadi untuk ferit dengan struktur spinel normal dapat dituliskan sebagai (M_8^{2+}) tetra (Fe_{16}^{3+}) okta O_{32} , dan ferit dengan struktur spinel inversi sebagai Fe_8^{3+} tetra $(M_8^{2+}Fe_8^{3+})$ okta O_{32} .

- a. Faktor Fisik: bentuk dan besar partikel serbuk ferit hendaknya kurang dari 1 mikron, karena ini akan berpengaruh dalam pemrosesan selanjutnya yaitu peletisasi dan sintering dalam menuju ke produk akhir.
- b. Faktor Kimiawi: komposisi, kemurnian dan homogenitas (De Lau, 1975). Pada prinsipnya secara umum reaksi dasar pembentukan ferit adalah:

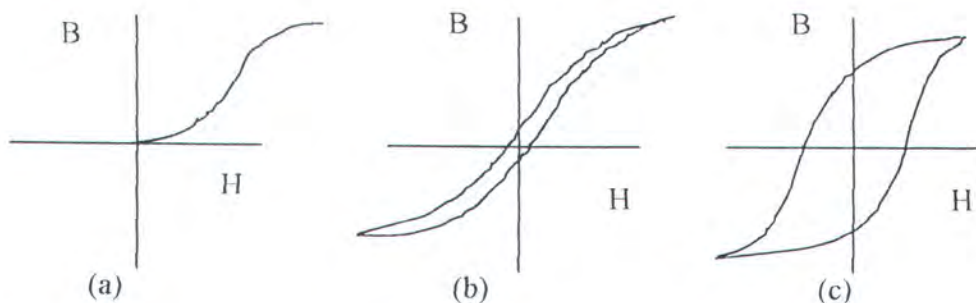


Pembentukan ferit ini dapat digolongkan menjadi dua metode yaitu metode kering dan metode basah. Dalam pembentukan bubuk ferit secara kering bahan dasarnya kering, misalnya berupa oksida-oksida (Othmer, 1965). Dalam metode basah garam-garam yang diperlukan sebagai bahan dasar dilarutkan bersama-sama dalam pelarut, misalnya air atau senyawa asam (Takada dkk, 1978).

2.2. Sifat Kemagnetan Bahan

Magnet terbaik umumnya mengandung besi (*ferrous*). Namun, ternyata unsur lainpun dan bahkan logam bukan-besi (*non-ferrous*) menampilkan sifat magnetik yang baik pula. Dalam teknologi modern digunakan baik magnet logam maupun magnet keramik. Selain itu dimanfaatkan pula unsur lain sebagai dopan untuk meningkatkan kemampuan magnetik sehingga memenuhi persyaratan bahan magnet yang diinginkan (Van Vlack, 1985).

Pada umumnya magnet dapat digolongkan menjadi dua, yaitu; magnet lunak dan magnet keras. Perbedaan magnet permanen (magnet keras) dengan magnet lunak



Gambar 2.2. Kurva magnetisasi: (a) Induksi awal B versus medan magnet H ,
 (b) Loop histerisis magnet lunak, (c) Loop histerisis magnet keras

Apabila suatu bahan berada dalam medan magnet H , garis gaya yang berdekatan akan tertarik ke dalam bahan sehingga rapat fluk meningkat dan induksi magnet B juga meningkat dengan jumlah induksi magnet tergantung pada medan magnet dan jenis bahan.

Pada Gambar 2.2. ratio B/H tidak linear, karena terjadi lompatan induksi mencapai tingkat yang tinggi, kemudian ratio tersebut hampir konstan dalam medan yang lebih kuat. Pada magnet lunak, terjadi penurunan kembali yang hampir sempurna jika medan magnet ditiadakan. Kurva histerisis magnet permanen sangat berbeda. Apabila medan magnet ditiadakan, induksi yang tersisa akan menghasilkan induksi remanen B_r . Medan yang berlawanan, disebut medan koersif H_c , diperlukan sebelum induksi turun menjadi nol.

Bila suatu bahan magnetik diletakkan dalam medan magnet H , maka dalam bahan akan timbul arus magnetisasi M dalam arah H yang dapat dinyatakan dengan hubungan:

Sedangkan hubungan antara induksi magnetik B dengan medan magnet H dapat dinyatakan:

$$B = \mu H \quad (3)$$

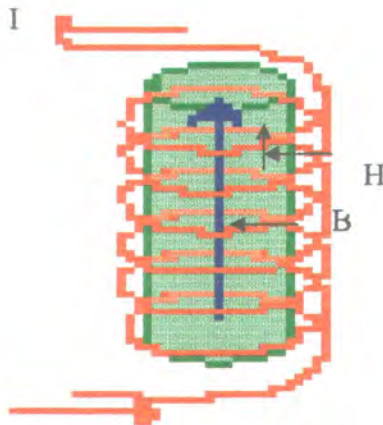
dimana μ adalah permeabilitas magnetik. Apabila keadaan ruangnya vakum, maka hubungan antara induksi magnetik B_0 dengan medan magnet H dapat ditulis:

$$B_0 = \mu_0 H \quad (4)$$

dimana μ_0 merupakan permeabilitas magnetik pada keadaan vakum. Berdasarkan persamaan (1) sampai dengan (4) di atas, maka didapatkan magnetisasi total sebagai berikut (Callister, 2003):

$$B = \mu_0 H + \mu_0 M \quad (5)$$

dengan M adalah magnetisasi, seperti tampak pada Gambar 2.3.



2.3. Titik Jenuh Magnetisasi

Kemagnetan jenuh bahan ferrimagnetik tergantung pada sifat-sifat atom penyusunnya. Komposisi, permeabilitas, gaya koersifitas dan bentuk umum dari kurva histerisis sangat dipengaruhi oleh struktur ferrimagnetik yang terbentuk. Apabila titik jenuh magnetisasi sebuah ferit diketahui, maka dapat diperoleh nilai momen magnet tiap ion, distribusi ion pada posisi A dan posisi B, serta perubahan interaksi antara posisi A dan posisi B. Pada dasarnya interaksi antara AB, AA dan BB cenderung berusaha saling meniadakan, walaupun hal ini tidak selamanya terjadi. Hal ini disebabkan oleh interaksi AB selalu paling kuat. Distribusi ion dan momen magnet setiap molekul dapat dilihat pada Tabel 2.1.

Tabel 2.1. Distribusi ion dan momen magnet setiap molekul pada beberapa ferit (Cullity, 1992)

No	Rumus	Struktur	Tetrahedral posisi A	Oktahedral posisi B	Total Momen (μ_B /molekul)
1	Fe_3O_4	Inversi	Fe^{3+} 5 →	Fe^{2+}, Fe^{3+} ← 5 ← 5	5
2	$NiOFe_2O_3$	Inversi	Fe^{3+} 5 →	Ni^{2+}, Fe^{3+} ← 2 ← 5	2
3	$ZnOFe_2O_3$	Normal	Zn^{2+} 0	Fe^{3+}, Fe^{3+} ← 5 → 5	0
4	$0.5NiOFe_2O_3$	Inversi	Fe^{3+} 2,5 →	Ni^{2+}, Fe^{3+} ← 1 ← 2,5	
	$0.5ZnOFe_2O_3$	Normal	Zn^{2+} 0	Fe^{3+}, Fe^{3+} 2,5 2,5	

Pada Tabel 2.1. NiOFe_2O_3 mempunyai struktur inversi dengan ion Ni^{2+} dan Fe^{3+} pada posisi B dibagi rata antara A dan B. Total momen magnet yang terbentuk untuk ion Ni^{2+} sebesar $2\mu_B$. Penyamaraatan ini dapat dianggap bahwa titik jenuh kemagnetan $2\mu_B$ pada ferit inversi merupakan momen ion divalen.

Untuk ZnOFe_2O_3 mempunyai bentuk normal di mana ion Zn^{2+} dengan momen nol mengisi posisi A, sehingga tidak terjadi interaksi AB. Interaksi BB negatif terjadi pada ion Fe^{3+} akan membentuk momen antiparalel.

Pada campuran ferit yang mempunyai total momen 50 % mol ferit Zn dan 50 % mol Ni, ion Zn^{2+} dengan momen nol berada pada posisi A akan melemahkan momen pada posisi A dan ion Fe^{3+} dari ferit Zn membentuk momen paralel pada posisi B karena kuatnya interaksi AB (Cullity, 1992). Jadi jelas di sini bahwa titik jenuh magnetisasi total hanya berasal dari momen magnet ion Fe, Ni dan Zn serta distribusi ion-ion tersebut.

2.4. Metode Pembuatan Magnet

Untuk membuat magnet yang sangat baik, maka harus memperhatikan dan memilih metode apa yang lebih tepat, sesuai dengan bahan-bahan yang akan digunakan. Telah banyak dipelajari tentang berbagai metode pembuatan magnet, di antaranya :

a. Metode Oksida

pada temperatur 500-700 °C dan dihaluskan kembali (*milling*). Proses ini diulangi untuk mendapatkan homogenitas yang tinggi (Sumardi dkk, 1981).

b. Metode Dekomposisi

Sebagai bahan dasar dipakai garam-garam, seperti karbonat, nitrat oksalat dan lainnya. Garam bersangkutan dicampur menurut perbandingan yang sesuai dan digiling (*milling*). Kemudian campuran dipanaskan sampai terjadi dekomposisi yang akan didapatkan campuran oksida yang diinginkan. Proses selanjutnya sama seperti metode oksida, dan dengan proses ini reaksi fasa padat antara oksida akan lebih mudah terjadi (Sumardi dkk, 1981).

c. Metode Hidrotermal

Hidrotermal merupakan proses kimia basah yang biasa digunakan untuk membuat bubuk ferit yang terkristalisasi dengan halus. Kondisi optimal untuk membentuk ferit Ni-Zn fasa spinel mulai jadi pada suhu 120⁰C selama 1 jam. Partikel-partikel dengan ukuran lebih kecil dari 10 nm dengan kristalinitas yang baik dapat diperoleh. Akan tetapi, serbuk dengan ukuran kurang dari 10 nm mudah teraglomerasi. Ukuran partikel akan meningkat dengan meningkatnya waktu penahanan dan peningkatan suhu reaksi. Kristalisasi bubuk ferit Ni-Zn ukuran nano pada suhu rendah dikontrol oleh proses nukleasi acak. Energi aktivasi untuk kristalisasi sekitar 56,2 kJ/mol diperoleh dengan menggunakan persamaan kinetika

d. Metode Pengendapan Hidroksida

Untuk menghindari proses penggerusan dan penghalusan (*milling*) yang memakan waktu yang cukup lama, maka dapat ditempuh dengan cara lain yaitu dengan pengendapan logam yang bersangkutan secara bersamaan dalam campuran larutannya. Setelah pengeringan campuran akan merata (Sumardi, 1981).

e. Kopresipitasi

Kopresipitasi adalah proses di mana suatu zat yang dapat larut, terbawa mengendap selama terjadinya proses pengendapan suatu senyawa. Pengendapan terjadi akibat pembentukan kristal campuran atau oleh adsorpsi ion-ion selama proses pengendapan. Setelah endapan kristalin terbentuk untuk meningkatkan kemurnian, maka endapan disaring, dilarutkan dan diendapkan berulang-ulang. Akibatnya ion pengotor yang muncul dalam konsentrasi kecil dan akhirnya kopresipitasi lebih sedikit (Pudjaatmaka, A.H., 1989).

f. Metode Pengendapan Oksalat

Akuades yang bebas O_2 diperoleh dengan mendidihkan, lalu memindahkan ke dalam botol yang ditutup rapat dan mengalirkan gas N_2 selama 5 menit. Selama pengaliran N_2 dimasukkan garam-garam Ni, Zn dan Fe, dan setelah larutan ammonium oksalat jenuh dimasukkan labu leher-tiga yang berisi larutan tersebut. Kemudian didinginkan dalam air es untuk mendapat endapan kristal. Hasil endapan



BAB III
METODE PERCOBAAN

BAB III

METODE PENELITIAN

Penelitian ini dilakukan melalui beberapa tahapan meliputi pemilihan bahan paduan (Fe, Ni, Zn) kemurnian tinggi dan bahan pelarut (HNO_3 , NaOH) kemurnian tinggi, pencampuran, pengendapan cara kopresipitasi, pemanasan dan analisis hasil percobaan di Laboratorium Pusat MIPA UNS untuk uji XRD dan LIPI Bandung untuk uji sifat magnet dan uji scanning elektron magnetik.

3.1. Bahan

Bahan yang digunakan pada penelitian ini yaitu :

1. Bahan Paduan :
 - a. Fe dengan kemurnian tinggi ($\geq 99,5\%$)
 - b. Ni dengan kemurnian tinggi ($\geq 99,5\%$)
 - c. Zn dengan kemurnian tinggi ($\geq 99,9\%$)
2. Bahan Larutan :
 - a. HNO_3 dengan kemurnian tinggi ($\geq 65\%$)
 - b. NaOH dengan kemurnian tinggi ($\geq 99\%$)
 - c. Aquades

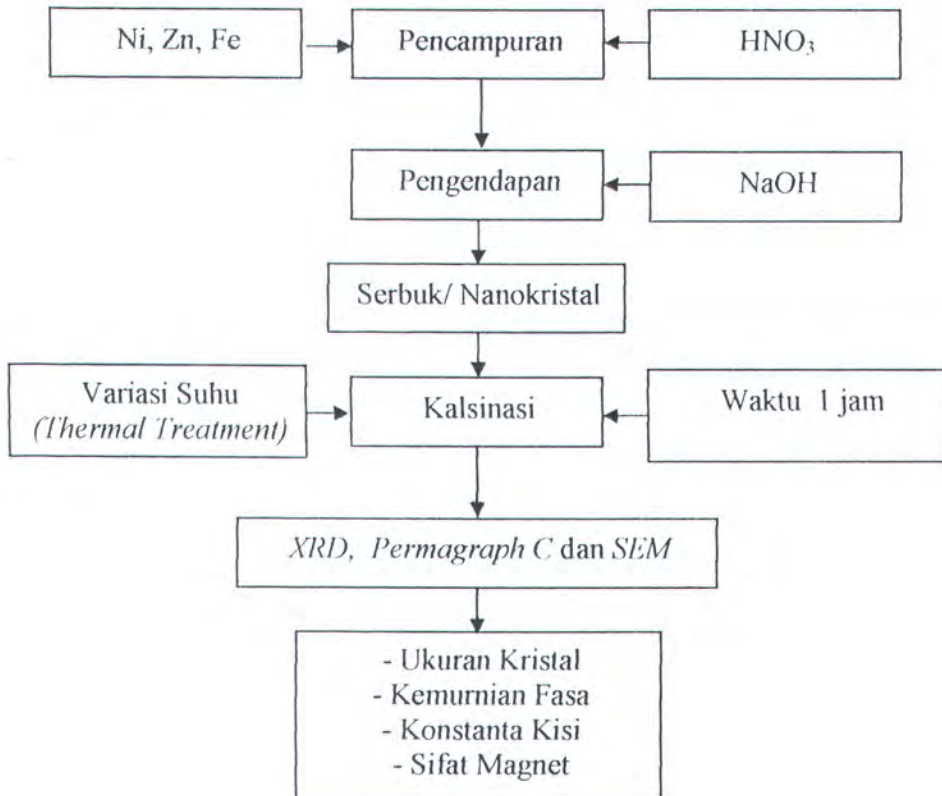
3.2. Peralatan

1. Pemanas dan pengaduk magnetik (*Hotplate & Magnetic Stirrer*).

5. Gelas Ukur
6. Krusibel Alumina (1700°C).
7. Neraca
8. Pipet, Pengaduk, Kertas Saring dan kertas pembersih.

3.3.Percobaan

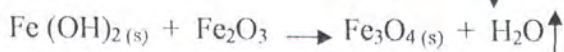
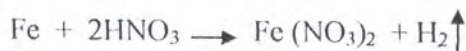
Proses pembuatan ferit dengan kopresipitasi mengikuti diagram alir seperti dalam Gambar 3.1.



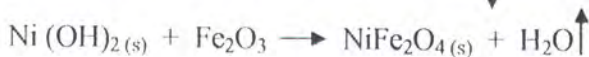
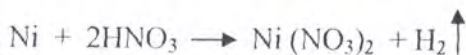
Berdasarkan diagram alir langkah kerja di atas dapat dijabarkan sebagai berikut :

1. Memilih bahan paduan meliputi serbuk Fe, Ni, Zn serta HNO₃, NaOH dan aquades sebagai bahan pelarut, dengan reaksi sebagai berikut :

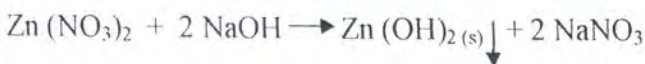
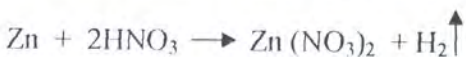
- a. FeO + Fe₂O₃ → Fe₃O₄ dihasilkan dari reaksi :



- b. NiO + Fe₂O₃ → NiFe₂O₄ dihasilkan dari reaksi :



- c. ZnO + Fe₂O₃ → ZnFe₂O₄ dihasilkan dari reaksi :



- d. Ni_{0,5}Zn_{0,5}O + Fe₂O₃ → Ni_{0,5}Zn_{0,5}Fe₂O₄ dihasilkan dari reaksi :



Tabel 3.1. Komposisi bahan terlarut dan bahan pelarut

No	Sampel	Massa (gram)				Volume(ml)	
		Fe	Ni	Zn	NaOH	HNO ₃	H ₂ O
1.	Fe ₃ O ₄	5.3	-	-	25	180	300
2.	NiFe ₂ O ₄	2	1	-	24	56	240
3.	ZnFe ₂ O ₄	1.4	-	0.85	24	54	225
4.	Ni _{0,5} Zn _{0,5} Fe ₂ O ₄	2.8	0.7	0.8	34	80	350

- Mengendapkan bahan paduan ke dalam bahan pelarut selama ± 3 jam pada suhu 30 °C dengan cara kopresipitasi dan agar proses pengendapan lebih cepat maka bahan diputar dan komposisi bahan paduan tidak boleh melebihi bahan pelarut.
- Hasil pengendapan dikeringkan dan disaring agar diperoleh butiran dalam ukuran nanometer.
- Nanokristal ferit yang dihasilkan dipanaskan dengan suhu yang bervariasi yaitu 450°C dan 600°C dalam waktu 1 jam.
- Setelah proses kalsinasi, sampel didifraksi dengan Difraktometer Sinar-X untuk mendapatkan pola difraksi yang akan dianalisa ukuran kristal, kemurnian fasa

Berdasarkan penjabaran Diagram alir langkah kerja dari Gambar 3.1. dan Tabel 3.1. di atas akan digunakan untuk membuat ferrimagnetik. Pembuatan serbuk ferit spinel MFe_2O_4 ($M = Fe, Ni, Zn$) nanokristalin dengan menggunakan metode kopresipitasi, dilakukan secara sederhana menggunakan *Hotplate & Magnetic Stirrer* pada temperatur ruang. Bahan paduan dan pelarut dicampur sesuai dengan aturan stoikhiometri seperti dalam Tabel 3.1. dan direaksikan dalam gelas ukur yang diletakkan di atas *Hotplate & Magnetic Stirrer* lalu diputar dengan kecepatan 100 rpm.

Setelah melewati masa larutan lewat jenuh di atas keadaan kesetimbangan sistem, maka endapan dicuci berulang-ulang agar pengotor yang tersisa betul-betul hilang. Hal ini disebabkan oleh tetapan hasil kali kelarutan suatu senyawa dilampaui dan pengendapan mulai terjadi, maka terbentuklah sejumlah partikel kecil yang disebut inti-inti (nukleasi). Pengendapan terjadi pada partikel yang mula-mula terbentuk dan ukuran partikel meningkat akibat pengendapan. Sebaran ukuran partikel tergantung pada laju relatif dua proses dan pembentukan inti yang disebut nukleasi dan pertumbuhan inti. Jika laju nukleasi kecil dibanding dengan laju pertumbuhan inti, maka dihasilkan sedikit partikel dengan ukuran relatif besar, mudah disaring, lebih murni dan partikel kecil-kecil. Sebaliknya untuk mendapatkan endapan dengan ukuran partikel kecil, maka pengendapan dilakukan dengan mencampur perlahan-lahan larutan encer pada kondisi kelarutan endapan yang

Untuk memperbesar ukuran kristal dan memperbanyak jumlah endapan, maka endapan serbuk yang diperoleh dikeringkan pada udara bebas selama 24 jam dan dikalsinasi pada temperatur 450 °C dan 600 °C dengan waktu penahanan 1 jam. Kemudian serbuk kering yang didapat, dihaluskan sampai merata dalam ukuran nanometer.

3.4. Karakterisasi Bahan Uji

Secara singkat metode untuk mengkarakterisasi bahan uji hasil percobaan dapat dijelaskan sebagai berikut:

3.4.1. Metode Kopresipitasi

Setiap proses pengendapan dilakukan sedemikian rupa agar proses pemisahannya lebih mudah. Oleh sebab itu harus diperhatikan aspek-aspek yang penting dalam pengendapan. Aspek-aspek tersebut adalah sifat fisik endapan dan kelarutan endapan yang kecil sekali sehingga lebih mudah dipisahkan dari larutannya dengan filtrasi. Pemisahan endapan dari larutan tidak selalu menghasilkan zat murni. Kontaminasi endapan oleh zat lain yang larut dalam pelarut disebut Kopresipitasi (Kopkar, 2003). Kopresipitasi adalah proses di mana suatu zat yang dapat larut, terbawa mengendap selama terjadinya proses pengendapan suatu senyawa (Pudjaatmaka, A.H., 1989).

Pada temperatur tertentu, kelarutan zat dalam pelarut akan melewati masa

kesetimbangan sistem tetap terkendali, maka harus diperhatikan faktor keadaan optimum untuk pengendapan antara lain :

- a. Pengendapan harus dilakukan dalam larutan encer, yang bertujuan untuk memperkecil kesalahan akibat kopresipitasi.
- b. Pereaksi dicampurkan perlahan-lahan dan teratur dengan pengadukan yang tetap, yang berguna untuk perumbuhan kristal yang teratur. Untuk kesempurnaan reaksi, pereaksi harus berlebih serta urutan pencampuran harus teratur dan sama.
- c. Pengendapan harus dilakukan pada larutan panas sebab kelarutan akan meningkat dengan bertambahnya temperatur.
- d. Endapan kristal yang terbentuk dalam waktu yang lama
- e. Endapan harus dicuci dengan larutan yang encer dan berulang-ulang agar pengotor betul-betul hilang. (Khopkar, 2003) .

Secara matematika metode kopresipitasi merupakan metode yang sangat efektif untuk membuat magnet. Hal ini disebabkan adanya pengembangan metode semi-kuantitatif yang membantu dalam peningkatan efek pH dan kekuatan ion nanokristal yang dihasilkan (Jolivet, J.P., 2004), serta menyebabkan proses pembuatan ferit sangat efisien dan efektif, sehingga penelitian ini memilih metode kopresipitasi.

3.4.2. Metode Difraksi Sinar-X

Karakterisasi awal dari bahan penelitian ini (serbuk) adalah menggunakan

besar dari jarak antar bidang kristal mengenai kristal, maka akan mengalami difraksi. Sudut difraksi yang digunakan dapat menentukan struktur kristal dan jarak antar bidang kristal. Difraksi tersebut berdasarkan hukum Bragg yang menyatakan bila seberkas sinar-X mengenai suatu bahan kristal, berkas ini akan didifraksi oleh bidang atom dalam kristal tersebut. Besar sudut difraksi (θ) tergantung pada panjang gelombang (λ Cu K- α) dan jarak antar bidang (d) (Cullity, 1983), sehingga ditulis sebagai berikut :

$$n\lambda = 2d \sin\theta \quad (9)$$

Untuk menentukan ukuran kristal (D) dengan $FWHM$ adalah lebar setengah puncak dan F_c adalah faktor koreksi instrumen (4% dari $FWHM$) maka digunakan persamaan Scherrer yang telah disertai ralat instrumen (Cullity, 1978) sebagai berikut :

$$D = 0.9 \lambda / (FWHM - F_c) \cos \theta \quad (10)$$

Sehingga akan didapatkan berapa konstanta kisi (a_o) untuk struktur kubik berdasarkan persamaan berikut (Cullity, 1978):

$$d_{hkl} = a_o / (h^2 + k^2 + l^2)^{1/2} \quad (11)$$

Berdasarkan hasil difraksi sinar-X tersebut, akan diperoleh informasi tentang karakter posisi, tinggi, lebar dan bentuk puncak difraksi yang akan digunakan untuk

3.4.3. Pengamatan SEM

Scanning Electron Microscope (SEM) merupakan berkas sinar elektron yang terhambur difokuskan ke sebuah titik elektroda elektrostatik pada alat pemantul, kemudian sinar yang dihasilkan diteruskan ke suatu alat pembesar foto dan sinyal sehingga dapat dimodulasikan pada osiloskop (Smallman, 1991). Hasil modulasi ini akan menunjukkan ukuran dan morfologi butir kristal serta perkembangan ukuran kristal akibat peningkatan temperatur.

3.4.4. Pengujian Sifat Magnet

Untuk mengetahui besar kemagnetan suatu bahan, maka bahan magnetik diletakkan dalam medan magnet H , sehingga di dalam bahan akan timbul arus magnetisasi M dalam arah H . Apabila suatu bahan berada dalam medan magnet H , garis gaya yang berdekatan akan tertarik ke dalam bahan sehingga rapat fluks meningkatkan induksi magnet B . Apabila medan magnet ditiadakan, induksi yang tersisa akan menghasilkan induksi remanen B_r , medan koersif H_c dan induksi magnetik maksimal (BH_{max}) yang telah dimodulasikan oleh detektor *Magnet-Physik Dr. Steingroever GmbH Permagraph C*.



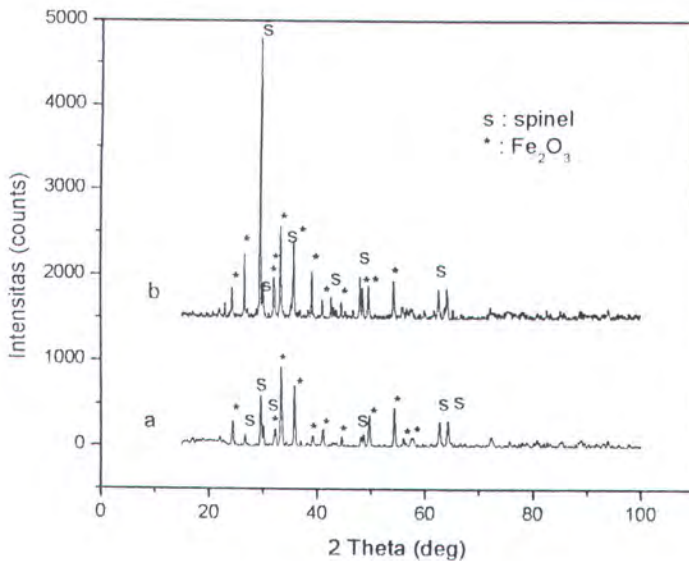
BAB IV
HASIL DAN PEMBAHASAN

BAB IV

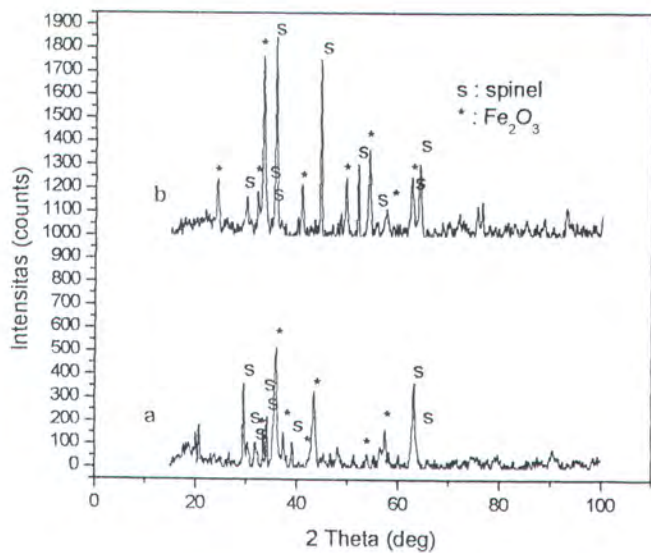
HASIL DAN PEMBAHASAN

Hasil Proses Kalsinasi Serbuk Dengan Beberapa Nilai Suhu

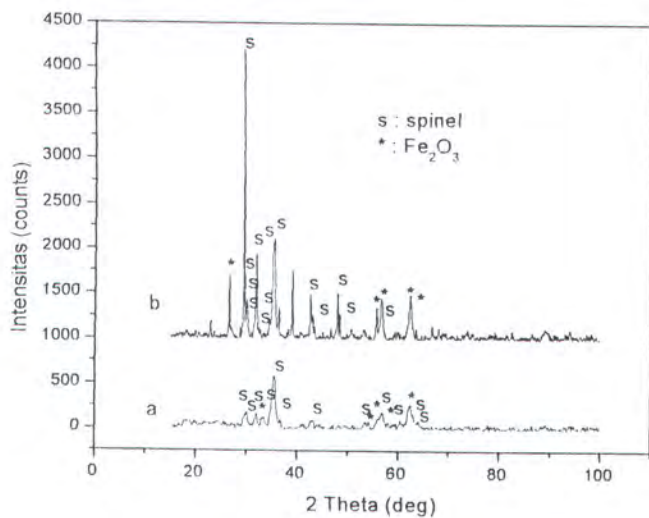
Serbuk ferit MFe_2O_4 ($M = Fe, Ni, Zn$) yang dihasilkan diidentifikasi dengan alat *Ray Difraktometer* dengan panjang gelombang sinar-X 1,5418 angstrom di Pusat Laboratorium MIPA UNS, dan diperoleh grafik seperti pada Gambar 4.1. sampai dengan 4.4.

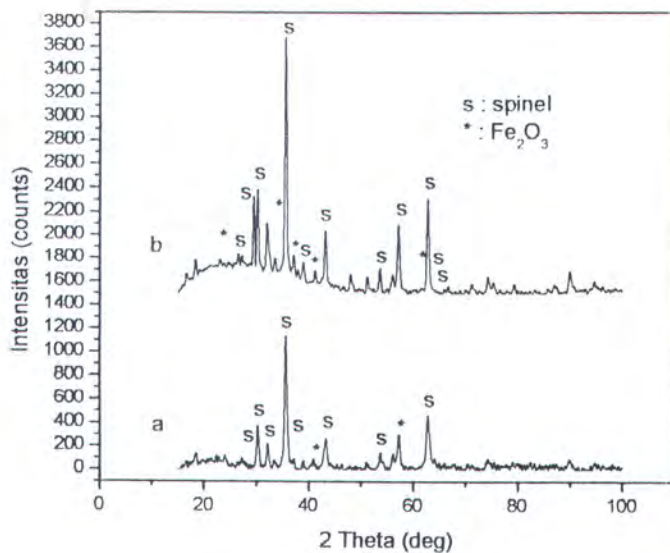


Gambar 4.1. Pola XRD untuk kalsinasi serbuk ferit Fe_3O_4 pada suhu (a) $450^{\circ}C$ dan (b) $600^{\circ}C$



ambar 4.2. Pola XRD untuk kalsinasi serbuk ferit NiFe_2O_4 pada suhu (a) 450°C dan (b) 600 °C





Gambar 4.4. Pola XRD untuk kalsinasi serbuk ferit $Ni_{0.5}Zn_{0.5}Fe_3O_4$ pada suhu (a) 450°C dan (b) 600 °C

Berdasarkan Gambar 4.1. sampai dengan Gambar 4.4. dari pola XRD di atas, maka dilakukan analisis kualitatif dan kuantitatif untuk menentukan kandungan fasa yang ada dalam sampel. Untuk menentukan besar ukuran kristal (D) dilakukan perhitungan data dari puncak-puncak yang tinggi dan nilai frekuensinya dengan menggunakan Persamaan (10) dan selanjutnya untuk menentukan besar konstanta kisi (a) untuk struktur kubik yang dihasilkan dari fasa spinel yang telah terbentuk menggunakan Persamaan (11), sehingga diperoleh data pada Tabel 4.1.

Tabel. 4.1. Hasil Analisis Kuantitatif dan Kualitatif Fasa Spinel

No	Sampel	Kalsinasi	Ukuran Kristal (D, nm)	Konstanta kisi spinel (a, nm)	*Kandungan Fasa (%Spinel)
1	Fe ₃ O ₄	450 °C	28 ± 4	0,8530	31,4
		600 °C	44 ± 9	0,7968	45,2
2	NiFe ₂ O ₄	450 °C	22 ± 5	0,8376	50,7
		600 °C	26 ± 7	0,8506	55,8
3	ZnFe ₂ O ₄	450 °C	17 ± 7	0,9001	73,9
		600 °C	43 ± 9	0,8581	74,4
4	Ni _{0,5} Zn _{0,5} Fe ₂ O ₄	450 °C	17 ± 2	0,8345	88,6
		600 °C	21 ± 9	0,8445	82,8

ara menghitung ada pada lampiran I a.

Dengan melihat Tabel 4.1. diperoleh ukuran butir kristal yang bertambah besar dengan peningkatan temperatur kalsinasi dan penahanan kalsinasi selama 1 jam ini diakibatkan oleh modifikasi struktur mikro di mana terjadi perubahan temperatur, sehingga bahan akan mengalami perubahan pertumbuhan fasa dan ukuran kristal (Gleiter, 1989). Peningkatan terbesar terjadi pada sampel Fe₃O₄ dengan ukuran kristal 28 nm menjadi 44 nm dan ZnFe₂O₄ dengan ukuran kristal 17 nm menjadi 43 nm. Perubahan ukuran kristal tersebut sebagai akibat adanya ion Fe²⁺ pada posisi B dan ion Fe³⁺ pada posisi A. Dengan tetapnya posisi ion Fe²⁺ dan ion Zn²⁺, menyebabkan ukuran kristal lebih mudah bertambah besar karena tidak memerlukan energi yang

ur lain yang bersifat magnetik dalam bahan tersebut yang dapat menghambat pertumbuhan kristal.

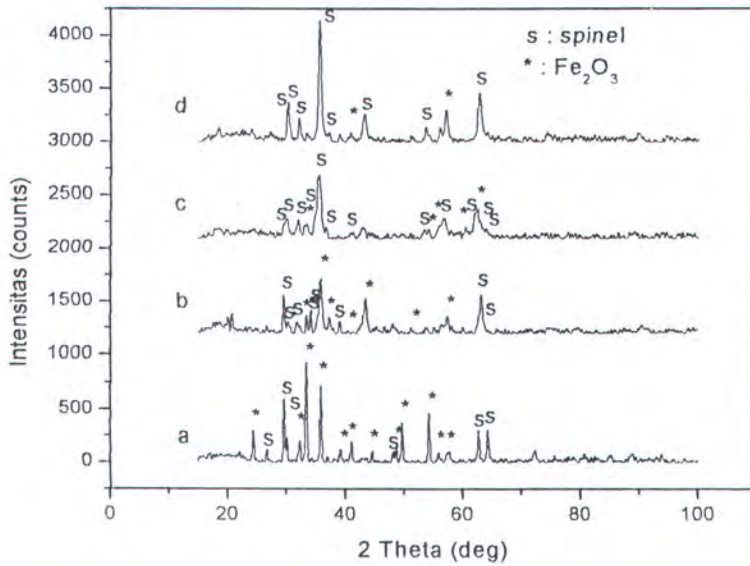
Lain halnya, pada paduan NiFe_2O_4 dengan ukuran kristal dari 22 nm menjadi 26 nm dan $\text{Ni}_{0.5}\text{Zn}_{0.5}\text{Fe}_2\text{O}_4$ dengan ukuran kristal dari 17 nm menjadi 21 nm, pertumbuhan kristalnya lebih kecil. Hal ini disebabkan oleh ion Ni^{2+} pada posisi B (dengan ion yang valensinya bermuatan 3+) yang bersifat magnetik akan menghambat perkembangan kristal. Perkembangan kristalnya lambat akibat adanya ion Ni^{2+} , di mana ion ini memiliki dua elektron yang tidak berpasangan dan momen magnet ion pada posisi interstesi rangkap-6 sama arah spinnya serta posisi interstesi rangkap-4 berlawanan arah spinnya (Van Vlack, 1989). Secara umum peningkatan temperatur, akan mendorong pertumbuhan kristal yang semakin bertambah ukuran dan jumlahnya, meskipun pada paduan Fe_3O_4 dan $\text{Ni}_{0.5}\text{Zn}_{0.5}\text{Fe}_2\text{O}_4$ tidak sebesar pada Fe_3O_4 dan ZnFe_2O_4 .

Pengaruh Doping Pada Pertumbuhan Fasa Kristal

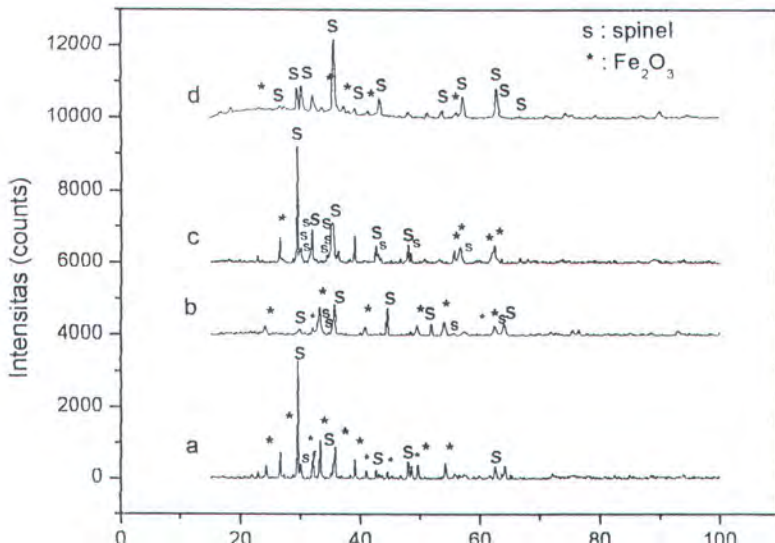
Pola difraksi yang diperoleh dari difraktometer menggambarkan keadaan kristalinitas materi yang diuji. Keberadaan fasa kristal dapat segera dilihat dari puncak-puncak difraksi, sedangkan material yang amorf akan memberikan pola berbentuk puncak-puncak lemah dan melebar) difraksi atau intensitas latar yang tidak teratur. Pada akhirnya identifikasi fasa didasarkan pada pencocokan data posisi-posisi puncak difraksi

Berdasarkan Tabel 4.1. terjadi penurunan persentase kandungan fasa Fe_2O_3 dan sebaliknya terjadi kenaikan persentase kandungan fasa spinel pada paduan Fe_3O_4 , NiFe_2O_4 dan ZnFe_2O_4 serta penurunan persentase kandungan fasa spinel pada paduan $\text{Ni}_{0,5}\text{Zn}_{0,5}\text{Fe}_2\text{O}_4$ seiring dengan peningkatan temperatur. Apabila temperatur ditingkatkan, maka komposisi kesetimbangan fasa yang terbentuk mengalami perubahan. Selain itu dengan masuknya ion Ni^{2+} dan ion Zn^{2+} pada paduan ferit Fe_3O_4 , NiFe_2O_4 , ZnFe_2O_4 dan $\text{Ni}_{0,5}\text{Zn}_{0,5}\text{Fe}_2\text{O}_4$, akan mempengaruhi pertambahan persentase kandungan fasa spinel.

Puncak-puncak yang terbentuk terletak pada posisi $30,08^\circ$ dengan puncak (220) untuk Fe_3O_4 , posisi $34,07^\circ$ dengan puncak (311) untuk NiFe_2O_4 , posisi $35,38^\circ$ dengan puncak (311) untuk ZnFe_2O_4 dan posisi $35,53^\circ$ dengan puncak (311) untuk $\text{Ni}_{0,5}\text{Zn}_{0,5}\text{Fe}_2\text{O}_4$ pada kalsinasi 450°C . Untuk kalsinasi 600°C puncak-puncak yang terbentuk menempati posisi $35,54^\circ$ dengan puncak (311) untuk Fe_3O_4 , posisi $35,60^\circ$ dengan puncak (311) untuk NiFe_2O_4 , posisi $35,40^\circ$ dengan puncak (311) untuk ZnFe_2O_4 dan posisi $35,59^\circ$ dengan puncak (311) untuk $\text{Ni}_{0,5}\text{Zn}_{0,5}\text{Fe}_2\text{O}_4$. Perbedaan letak posisi puncak tersebut disebabkan oleh perubahan konstanta kisi sebagai akibat dari perbedaan jari-jari ion Fe (1,27 angstrom), jari-jari ion Ni (1,25 angstrom) dan jari-jari ion Zn (1,39 angstrom) dalam logam serta jumlah elektron terluar dari unsur-unsur pembentuk pada paduan ferit tersebut. Posisi puncak fasa spinel ferit (Fe_3O_4) dan fasa ferit

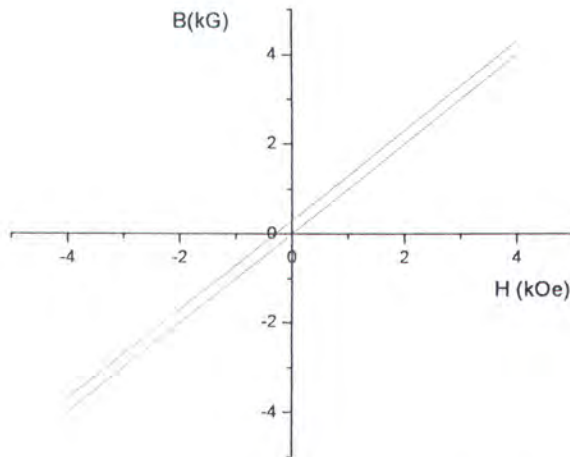


ambar 4.5. Pola XRD tentang pertumbuhan fasa serbuk ferit (a) Fe_3O_4 , (b) NiFe_2O_4 , (c) ZnFe_2O_4 dan (d) $\text{Ni}_{0.5}\text{Zn}_{0.5}\text{Fe}_2\text{O}_4$ untuk kalsinasi pada suhu 450°C

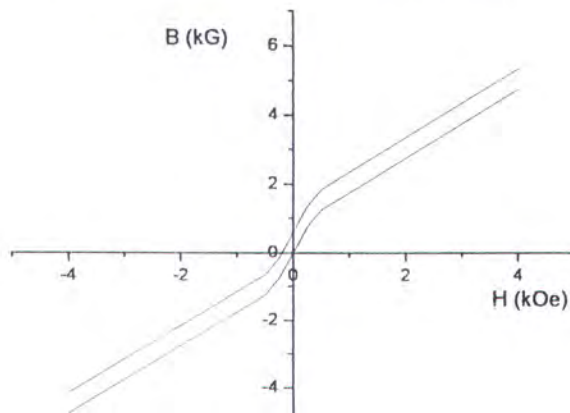


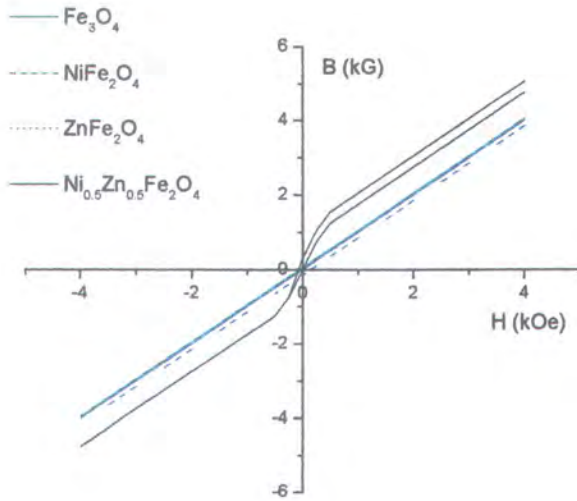
Pengaruh Doping Pada Sifat Magnetisasi M-H

Untuk mengetahui besar kemagnetan yang dihasilkan pada serbuk ferit MFe_2O_4 ($M = Fe, Ni, Zn$), maka dilakukan uji kemagnetan dengan menggunakan alat *magraph C* di LIPI Bandung dan diperoleh kurva kemagnetan dalam Gambar 4.7 sampai 4.10.

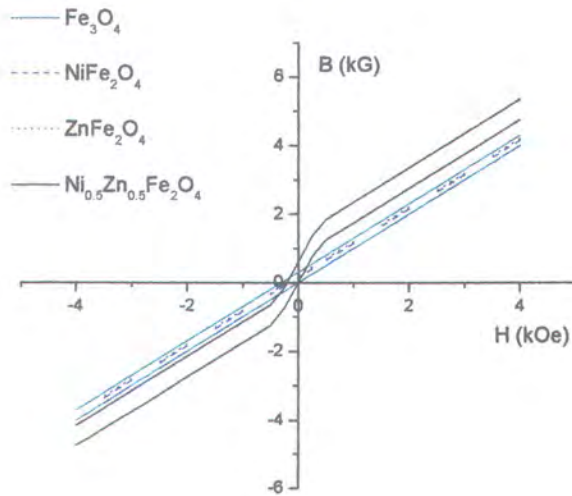


Gambar 4.7. Kurva kemagnetan untuk kalsinasi serbuk ferit Fe_3O_4 pada suhu $600^\circ C$





Gambar 4.9. Kurva kemagnetan untuk kalsinasi serbuk ferit (a) Fe₃O₄, (b) NiFe₂O₄, (c) ZnFe₂O₄ dan (d) Ni_{0.5}Zn_{0.5}Fe₂O₄ untuk kalsinasi pada suhu 450°C



Berdasarkan Gambar kurva kemagnetan di atas, akan diperoleh nilai induksi magnet remanen (B_r) dan medan koersifitas (H_{cB}), sehingga dapat diketahui besar magnetan yang dibentuk oleh bahan ferit spinel MFe_2O_4 ($M = Fe, Ni, Zn$). Besar induksi magnet remanen (B_r) dan medan koersifitas (H_{cB}) dapat dilihat pada Tabel 4.2.

Tabel 4.2. Besar induksi magnet remanen (B_r), medan koersifitas (H_{cB}), dan pemagnetan maksimum (H_{max}) pada kalsinasi 450 °C dan 600 °C

UKURAN	Fe_3O_4		$NiFe_2O_4$		$ZnFe_2O_4$		$Ni_{0.5}Zn_{0.5}Fe_2O_4$	
	450 °C	600 °C	450 °C	600 °C	450 °C	600 °C	450 °C	600 °C
B_r (kG/g)	0.00625	0.04348	0.01042	0.01327	0	0.02778	0.03636	0.12371
H_{cB} (kOe/g)	0.00375	0.04224	0.01771	0.00575	0.00226	0.0037	0.08273	0.01134
H_{max} (kOe/g)	5.04375	7.75776	13.34896	2.97345	1.88065	0.22037	13.4	3.85567

Dengan melihat hasil pemagnetan pada Tabel 4.2. induksi magnet remanen (B_r) bahan ferit spinel $M-Fe_2O_4$ akan bertambah besar seiring dengan peningkatan temperatur kalsinasi. Kenaikan induksi magnet remanen sampel Fe_3O_4 sebesar 0.03723 (kG), $NiFe_2O_4$ sebesar 0.00285 (kG), $ZnFe_2O_4$ sebesar 0.02778, dan $Ni_{0.5}Zn_{0.5}Fe_2O_4$ sebesar 0.08735 (kG) Begitu juga medan koersifitas (H_{cB}) akan bertambah besar untuk sampel Fe_3O_4 dan $ZnFe_2O_4$, tetapi dengan kehadiran ion Ni^{2+} pada sampel $NiFe_2O_4$ dan $Ni_{0.5}Zn_{0.5}Fe_2O_4$ akan mengalami penurunan seiring dengan peningkatan temperatur kalsinasi. Untuk besar induksi maksimal magnet pada Fe_3O_4 akan bertambah seiring

si maksimal magnet. Apabila kita tinjau kembali Tabel 2.1. secara umum perbandingan momen total menunjukkan nilai $\text{Fe}_3\text{O}_4 > \text{NiFe}_2\text{O}_4 > \text{Ni}_{0.5}\text{Zn}_{0.5}\text{Fe}_2\text{O}_4 > \text{ZnFe}_2\text{O}_4$ sehingga nilai perbandingan induksi magnet remanen (B_r), medan koersifitas (H_c), induksi maksimal (BH_{max}) yang didapat dalam percobaan tidak sama (nilai perbandingan $\text{Ni}_{0.5}\text{Zn}_{0.5}\text{Fe}_2\text{O}_4 > \text{Fe}_3\text{O}_4 > \text{NiFe}_2\text{O}_4 > \text{ZnFe}_2\text{O}_4$). Hal ini mungkin disebabkan oleh keberadaan fasa Fe_2O_3 yang terbentuk dan ikut berperan dalam menentukan sifat magnet spinel M- Fe_2O_4 .

Selain itu, permasalahan di atas terjadi karena penempatan ion divalen pada posisi A (tetrahedral) dan ion trivalen pada posisi B (oktahedral) serta ketaksesuaiannya pada sampel-sampel yang disintesis. Pada spinel ferit M- Fe_2O_4 , ion M^{2+} akan menempati tempat yang kuat pada posisi A dan ion Fe^{3+} dipaksa menempati posisi B. Hal ini disebabkan oleh distribusi pengisian yang cocok untuk ion M^{2+} yang menunjukkan penampilannya yang sesuai valensinya pada posisi A. Sebagai contoh, momen total sebesar $5 \mu_B$ diperoleh dari penjumlahan ion divalen M^{2+} dengan momen total $5 \mu_B$ dengan ion trivalen Fe^{3+} dengan momen total $5 \mu_B$ dan Fe^{2+} dengan momen total $5 \mu_B$. Distribusi kation-kation di dalam posisi A dan posisi B tersebut mempengaruhi sifat-sifat magnet dan pemagnetan jenuh bahan ferimagnet, karena pengaruh besar di dalam penentuan distribusi ion.

Kehadiran ion Zn yang diamagnetik mengakibatkan magnetisasi pada posisi A

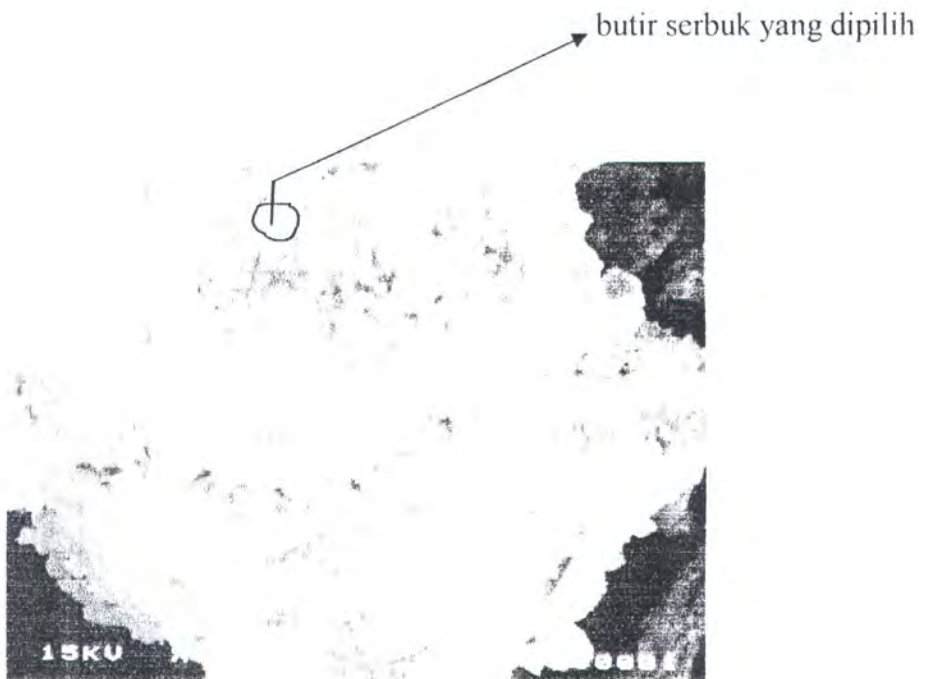
magnet menurun akibat keseimbangan momen magnet dari struktur ferit tersebut (Ahman, I.Z. dan Ahmed, T.T., 2005). Seiring dengan meningkatnya substitusi ion Zn^{2+} (pada posisi A) menggantikan ion Ni (pada posisi B), beberapa ion Fe akan terdorong untuk menempati alih-alih posisi A menuju posisi B, walaupun peristiwa ini tidak memerlukan energi aktivasi yang lebih tinggi. Hal ini terlihat dari hasil yang diperoleh bahwa ion-ion Fe^{2+} dan Fe^{3+} meningkat sedangkan jumlah ion Ni^{3+} dan Ni^{2+} menurun bersamaan dengan meningkatnya substitusi ion Zn^{2+} (Abdeen, A.M., 1999). Apabila kita jau ZnO dan NiO yang antiferomagnetik, NiO memiliki struktur kristal yang sama dengan struktur $NaCl$ (kps) yang rumit. Bidang ion Ni^{2+} yang berselang mempunyai magnetisasi anti paralel, di mana setiap ion Ni^{2+} mempunyai dua elektron yang tidak berpasangan dan magnetisasi total sama dengan nol. Dengan demikian, secara keseluruhan paduan $M-Fe_2O_4$ akan mengalami penurunan nilai magnetisasi.

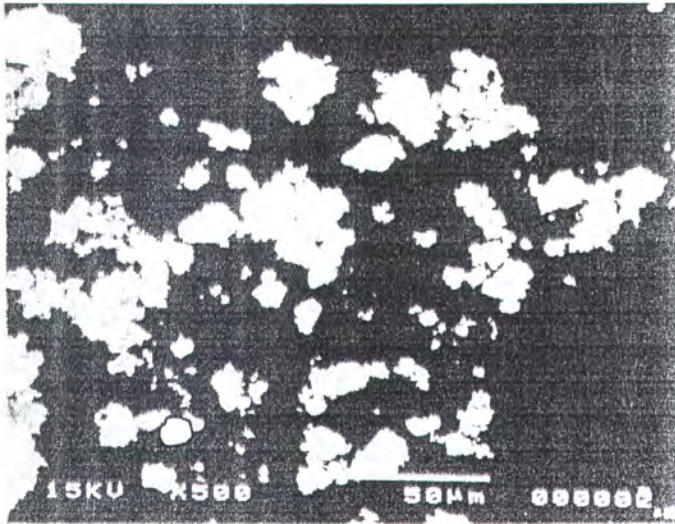
Berkenaan dengan bahan ferimagnet, pemagnetan jenuh tergantung pada sifat atomnya sendiri yang disebut momen atom. Induksi magnet remanen (B_r), medan koersifitas (H_{cB}), induksi maksimal (BH_{max}), dan momen total (μ_B) sangat dipengaruhi terhadap pembentukan domain magnet dan kurva kemagnetan. Ukuran domain magnet jauh lebih kecil dari ukuran butir, tetapi lebih besar dari sel satuan. Sifat yang diinginkan untuk bahan magnet lunak adalah kurva kemagnetan yang sekecil mungkin dan induksi maksimal (BH_{max}) yang sebesar mungkin. Dengan dasar kurva

induksi maksimal (BH_{max}) yang dihasilkan jauh lebih kecil dari 0.25 MGOe (Lister, W.D., 2003).

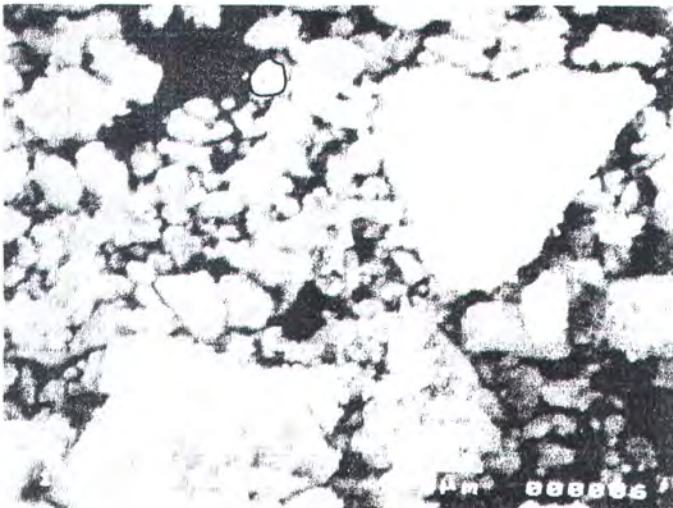
Pengaruh Doping Pada Struktur Mikro Ferit Spinel MFe_2O_4

Untuk memperkuat hasil pengukuran *Difraksi X-Ray*, sehingga dapat diketahui perkembangan dan pertumbuhan butir kristal yang mengakibatkan perubahan struktur mikro ferit spinel MFe_2O_4 , maka dilakukan pengukuran dengan menggunakan *SEM* yang menghasilkan Gambar 4.11. sampai dengan 4.14.





ambar 4.12. Hasil SEM untuk kalsinasi serbuk ferit NiFe_2O_4 pada suhu $450\ ^\circ\text{C}$





Gambar 4.14. Hasil SEM untuk kalsinasi serbuk ferit $\text{Ni}_{0.5}\text{Zn}_{0.5}\text{Fe}_2\text{O}_4$ pada suhu $450\text{ }^\circ\text{C}$

Gambar 4.11. sampai dengan 4.14. memperlihatkan butiran serbuk ferit spinel Fe_2O_4 akibat pengaruh doping Ni-Zn proses kalsinasi pada temperatur $450\text{ }^\circ\text{C}$. Apabila temperatur kalsinasi dinaikkan menjadi $600\text{ }^\circ\text{C}$, maka ukuran kristal (D) akan tambah besar seperti pada Tabel 4.1. Selain itu juga dengan adanya doping Ni-Zn akan mempengaruhi ukuran kristal dan sifat magnetik yang dihasilkan oleh serbuk ferit spinel tersebut. Sifat-sifat magnetik dari ferit Ni-Zn sangat tergantung pada komposisi kimia dan kimia dari paduan ferit yang diinginkan. Telah diketahui bahwa material yang mempunyai sifat-sifat magnetik sangat sensitif terhadap perubahan mikrostruktur terutama ukuran kristal (Kondo, K. dkk, 2003). Kemudian dengan menganalisis bagian butir serbuk melalui program *Image* akan didapatkan ukuran butir serbuk yang

Tabel. 4.3. Data ukuran butir serbuk untuk kalsinasi 450°C dan 600°C

No	Sampel	Kalsinasi	D butir serbuk (nm)
1	Fe_3O_4	450 °C	385,0 ± 0,2
		600 °C	605,0 ± 0,2
2	NiFe_2O_4	450 °C	153,0 ± 0,2
		600 °C	239,0 ± 0,2
3	ZnFe_2O_4	450 °C	333,0 ± 0,2
		600 °C	212,0 ± 0,2
4	$\text{Ni}_{0,5}\text{Zn}_{0,5}\text{Fe}_2\text{O}_4$	450 °C	155,0 ± 0,3
		600 °C	270,0 ± 0,2



BAB V
KESIMPULAN DAN SARAN

BAB V

KESIMPULAN DAN SARAN

Kesimpulan

Peningkatan temperatur kalsinasi (450°C dan 600°C) pada penahanan selama 1 jam memperbesar ukuran kristal (a) Fe_3O_4 (22,2 %), (b) NiFe_2O_4 (8,3 %), (c) ZnFe_2O_4 (22,2 %) dan (d) $\text{Ni}_{0,5}\text{Zn}_{0,5}\text{Fe}_2\text{O}_4$ (10,5 %), fasa spinel MFe_2O_4 dan kandungannya serta meningkatkan sifat kemagnetan ferit spinel MFe_2O_4 .

Dengan adanya doping Zn menghasilkan ukuran kristal yang lebih besar daripada doping Ni di dalam ferit spinel MFe_2O_4 .

Pengaruh doping Ni-Zn akan meningkatkan jumlah pertumbuhan kristal di dalam spinel (a) Fe_3O_4 (22,2 %), (b) NiFe_2O_4 (21,9 %), (c) $\text{Ni}_{0,5}\text{Zn}_{0,5}\text{Fe}_2\text{O}_4$ (27,1 %) dan menurunkan jumlah kristal pada (d) ZnFe_2O_4 (22,2 %).

Pengaruh doping Ni-Zn mengakibatkan peningkatan persentase kandungan fasa spinel dari 31,4 % menjadi 88,6 % di dalam ferit spinel MFe_2O_4 .

Saran

Berdasarkan hasil penelitian ini diharapkan ada tindak lanjut dari hasil yang didapatkan, sehingga akan ada peningkatan mutu dan bertambahnya seri sintesis baru ferit spinel MFe_2O_4 ($\text{M} = \text{Fe}, \text{Ni}, \text{Zn}$) yang akan menambah peningkatan proses



DAFTAR PUSTAKA

DAFTAR PUSTAKA

- Abdeen, A.M., (1999), *Dielectric behavior in Ni-Zn ferrites*, Physics Departement, Faculty of science, Tanta Univercity, Tanta Egypt, *Journal of Magnetism and Magnetic Material*, 192, 121-129
- Bruno, J., (1998), *Estimation of the concentrations of trace metal in natural systems*, *Chemical Geology Brazil*, 151, 277-291
- Callister, W.D., (2003), **Materials Science and Engineering**, John Wiley & Sons, Amerika.
- Cullity, B.D., (1992), **Introduction to Magnetic Materials**, University of Notredame Addison- Wesley Series in Metalurgi and Materials.
- Cullity, B.D., (1978), **Elements of X-Ray Diffraction**, Departement of Metallurgical Engineering and Materials Science University of Notre Dame.
- De Lau, J.G.M., (1975), *Philips Res.Repts. Suppl. No. 61*, 1-6.
- Gleiter, (1989), *Nanocrystalline Materials*, *Progress in Materials Science*, 33, 223-315
- Jolivet, J.P., (2004), *Moleculer cluster to extended solid networks*, Cambridge, 481-487
- Khopkar, S.M., (2003), **Konsep Dasar Kimia Analitik**, Universitas Indonesia, Jakarta.
- Kirk-Othmer, (1965), *Encyclopedia of Chemical technology*, Willey Interscience Publication New York, Vol. 8, hal 884
- Kondo, K. dkk., (2003), *Effect of microstructure on magnetic properties of Ni-Zn ferrites translated by Mas Must*, *Journal of Magnetism and Magnetic Material*, 254-255, 541-543
- Kumar, A. dkk., (1995), *Low temperature syntesis of $Ni_{0.8}Zn_{0.2}Fe_2O_4$ powder and its characterization*, *India, materials letters* 27, 293-296
- Pudjaatmaka.A.H., (1989), **Analisis Kimia Kuantitatif**, Erlangga, Jakarta

- Smallman, R.E., (1991), **Metalurgi Fisik Modern**, Di Indonesiakan oleh Sriati Djaprie, Gramedia, Jakarta.
- Sumardi dkk, (1980), *Penelitian Ferit Nikel-Seng Dalam Skala Laboratorium Dengan Cara Pengendapan Oksalat, Teknologi Indonesia, jilid III No. 2*
- Surdia, T. dan Saito, S., (2000), **Pengetahuan Bahan Tehnik**, Pradya Paramita, Jakarta
- Takada dkk, (1970), *Preparation of Ferit by Wet Method in Ferrite Proceeding of the International Conference, Japan, hal 69*
- Van Vlack, L.R.H., (1989), **Ilmu Bahan dan Logam**, Di Indonesiakan oleh Sriati Djaprie, Erlangga, Jakarta
- Wang, H.W. dan Kung, S.C. (2003), *Crystalization of nanosized Ni-Zn ferrite powders prepared by hydrothermal method, Chung-Yuan Christian University, Taiwan, Journal of Magnetism and Magnetic Material 270 , 230-236*





LAMPIRAN

LAMPIRAN I a.

Cara menghitung kandungan fasa :

a. Kandungan fasa spinel = $\frac{\text{jumlah intensitas puncak spinel}}{\text{jumlah intensitas (puncak spinel + puncak Fe}_2\text{O}_3)} \times 100 \%$

b. Kandungan fasa Fe₂O₃ = $\frac{\text{jumlah intensitas puncak Fe}_2\text{O}_3}{\text{jumlah intensitas (puncak spinel + puncak Fe}_2\text{O}_3)} \times 100 \%$

DATA PERHITUNGAN POLA XRD

Rumus Scherrer D = 0,9 Lamda / (Beta-Fc) Cos Theta

A. Pemanasan 450 C

Fe3O4										Fe3O4 Fe2O3 Fe3O4 Fe2O3 Fe3O4 Fe2O3 Fe3O4 Fe2O3 Fe3O4 Fe2O3										
No	NP	2-THETA (deg)	I	I/Io	FWHM(deg)	d (nm)	theta(deg)	cos Theta	D (nm)	h	k	l	h	k	l	(hkl)2	(hkl)2	Akar dhkl	Akar dhkl	a (nm)
1	32	33,37240	646	100	0,32910	0,269276	16,68620	0,95638	26,32594				1	0	4	0	17	0	4,123106	0
2	36	35,84330	503	78	0,31810	0,250328	17,92165	0,95148	27,37656				1	1	0	0	2	0	1,414214	0
3	26	29,59620	417	65	0,30710	0,301589	14,79610	0,96683	27,90694	2	2	0	8	0	2,828427	0	2,828427	0	0,95302	0
4	63	54,26100	339	52	0,33030	0,168919	27,13050	0,88997	28,18761				1	1	6	0	38	0	6,164414	0
5	60	49,66470	272	42	0,31740	0,183420	24,83235	0,90754	28,76534				0	2	4	0	20	0	4,472136	0
6	81	64,21950	236	37	0,35760	0,144918	32,10975	0,84703	27,35558	4	4	0	32	0	5,656854	0	5,656854	0	0,81978	0
7	78	62,64590	232	36	0,32470	0,148174	31,32295	0,85425	29,87273	4	4	0	32	0	5,656854	0	5,656854	0	0,8362	0
8	20	24,36070	202	31	0,33490	0,365089	12,18035	0,97775	25,30458				0	1	2	0	5	0	2,236068	0
9	27	30,08610	172	27	0,32030	0,296789	15,04305	0,96573	26,78734	2	2	0	8	0	2,828427	0	2,828427	0	0,83945	0
10	30	32,21860	144	22	0,40720	0,277615	16,10930	0,96073	21,18035				1	0	4	0	17	0	4,123106	0
11	47	41,70860	140	22	0,33840	0,219553	20,85430	0,93449	26,20216				1	1	3	0	11	0	3,316625	0
12	58	48,65870	106	16	0,30650	0,186975	24,32935	0,91119	29,66999	0	2	4	0	2	4	0	20	0	4,472136	0
13	42	39,18410	88	14	0,34820	0,229720	19,59205	0,94210	25,25901				0	0	6	0	36	0	0	0
14	23	26,68460	86	13	0,30420	0,333921	13,34230	0,97301	27,99405	2	2	0	8	0	2,828427	0	2,828427	0	0,94447	0
15	57	48,14220	85	13	0,32440	0,188859	24,07110	0,91304	27,97509	3	3	1	2	0	2	0	8	0	2,828427	0
16	53	44,62150	83	13	0,24310	0,202908	22,31075	0,92514	36,84256				19	0	4,358899	0	4,358899	0	0,82322	0
17	65	55,95370	83	13	0,25250	0,164203	27,97685	0,88314	37,15791				2	1	1	0	6	0	2,44949	0
18	68	57,42000	78	12	0,37140	0,160353	28,71000	0,87706	25,43730				1	1	2	0	6	0	2,44949	0
Total										Total										
Rata-rata										Rata-rata										
505,60002										5,11814										
28,08989										0,85302										

B. Pemanasan 600 C

Fe3O4										Fe3O4 Fe2O3 Fe3O4 Fe2O3 Fe3O4 Fe2O3 Fe3O4 Fe2O3 Fe3O4 Fe2O3										
No	NP	2-THETA (deg)	I	I/Io	FWHM(deg)	d (nm)	theta(deg)	cos Theta	D (nm)	h	k	l	h	k	l	(hkl)2	(hkl)2	Akar dhkl	Akar dhkl	a (nm)
1	7	29,51970	2423	100	0,18140	0,302353	14,75985	0,96700	47,23658	2	2	0	4	0	0	0	17	0	4,123106	0
2	12	33,29980	763	31	0,23660	0,268844	16,64990	0,95807	36,55360				1	0	4	0	17	0	4,123106	0
3	15	36,77000	676	28	0,21660	0,250824	17,89500	0,95168	40,19692				1	1	0	0	2	0	1,414214	0
4	4	26,61710	551	23	0,17550	0,334629	13,30855	0,97314	46,51653				0	1	2	0	5	0	2,236068	0
5	18	39,09360	415	17	0,20070	0,230231	19,54680	0,94237	43,81001				0	0	6	0	36	0	0	0
6	25	48,03400	394	16	0,20590	0,189259	24,01700	0,91342	43,84410	3	3	1	19	0	4,358899	0	4,358899	0	0,82496	0
7	30	54,19490	355	14	0,26150	0,169109	27,09745	0,89023	35,59330				1	1	6	0	38	0	6,164414	0
8	9	32,02000	348	14	0,21420	0,279291	16,01000	0,96121	40,24430				1	0	4	0	17	0	4,123106	0
9	14	35,54000	341	14	0,17060	0,262395	17,77000	0,96228	51,00279	3	1	1	11	0	0	0	20	0	3,316625	0
10	27	49,58960	331	14	0,19430	0,183680	24,26185	0,90782	46,87531				0	2	4	0	20	0	4,472136	0
11	26	48,52370	304	13	0,20010	0,187463	24,79185	0,91168	45,42058				0	2	4	0	20	0	4,472136	0
12	8	30,04980	299	12	0,30970	0,297139	15,02490	0,96581	27,70188	2	2	0	8	0	2,828427	0	2,828427	0	0,94044	0
13	10	32,22000	283	12	0,18320	0,277603	16,11000	0,96073	47,07771				1	0	4	0	17	0	4,123106	0

E. Pemanasan 450 C

ZnFe2O4

No/No	2-THETA (deg)	I	I/Io	FWHM(deg)	d (nm)	theta(deg)	cos Theta	D (nm)	h	k	l	h	k	l	(hkl)2	(hkl)2	Akar dhkl	Akar dhkl	a (nm)
1	26	3537510	399	100	0.83510	0.253533	17.68755	0.95273	10.41442	3	1	1	1	1	11	0	3.316625	0	0.84057
2	57	6218610	195	49	0.89230	0.149159	31.09305	0.85653	10.84402	2	1	4	2	1	0	21	0	4.582576	0
3	50	5680000	132	33	0.75420	0.161956	28.40000	0.87965	12.48952	5	1	1	1	1	27	0	5.196152	0	0.84155
4	20	2952000	127	32	0.61000	0.302350	14.76000	0.96700	14.04707	2	2	0	2	0	8	0	2.828427	0	0.85517
5	58	6286000	127	32	0.56660	0.147721	31.43000	0.85328	17.13855	4	4	0	4	0	32	0	5.658654	0	0.83554
6	23	3188550	119	30	0.60530	0.280439	15.94275	0.96154	14.23653	2	2	0	2	0	8	0	2.828427	0	0.7932
7	25	3464000	119	30	0.36880	0.258743	17.32000	0.95466	23.53437	3	1	1	1	1	11	0	3.316625	0	0.85815
8	20	2952000	93	23	0.61000	0.302350	14.76000	0.96700	14.04707	2	2	0	2	0	8	0	2.828427	0	0.85517
9	24	3321500	92	23	0.85000	0.269511	16.60750	0.95829	10.17247	1	0	4	0	0	17	0	4.123106	0	0
10	49	5602000	87	22	0.92000	0.164024	28.01000	0.88287	10.20135	2	1	1	0	0	6	0	2.44949	0	0
11	54	6037120	84	21	0.34250	0.153201	30.18560	0.86440	27.8768	0	1	8	0	0	65	0	8.062258	0	0
12	60	6391730	77	19	0.42130	0.145530	31.95665	0.84843	23.18114	4	4	0	4	0	32	0	5.658654	0	1.38554
13	27	3665250	76	19	0.41500	0.244985	18.32625	0.94928	21.03293	2	2	2	2	2	12	0	3.464102	0	0.72885
14	35	4295170	75	19	0.95260	0.210402	21.47585	0.93057	9.34722	4	0	0	4	0	16	0	0	0	0.68212
15	59	6338000	75	19	0.36580	0.146634	31.69000	0.85090	26.62073	4	4	0	4	0	32	0	5.658654	0	1.38554
16	47	5346250	67	17	0.43500	0.171252	26.73125	0.89313	21.32742	4	2	2	4	2	24	0	4.898979	0	0.83986
17	48	5414610	67	17	0.31220	0.169250	27.07305	0.89043	29.80640	1	1	5	0	0	38	0	6.164414	0	0
										Total		296.42867		10.8014					
										Rate-rata		17.43699		0.90012					

F. Pemanasan 600 C

ZnFe2O4

No/No	2-THETA (deg)	I	I/Io	FWHM(deg)	d (nm)	theta(deg)	cos Theta	D (nm)	h	k	l	h	k	l	(hkl)2	(hkl)2	Akar dhkl	Akar dhkl	a (nm)
1	6	2939160	2391	100	0.16970	0.303642	14.69580	0.95213	51.28179	2	2	0	2	0	8	0	2.828427	0	0.65863
2	20	3540000	755	32	0.27820	0.253361	17.74000	0.95266	31.26419	3	1	1	1	1	11	0	3.316625	0	0.8403
3	19	3508000	727	30	0.25880	0.255598	17.54000	0.95351	33.57783	3	1	1	1	1	11	0	3.316625	0	0.84772
4	29	3186150	685	29	0.22570	0.280645	15.93075	0.96160	38.17826	2	2	0	2	0	8	0	2.828427	0	0.79378
5	25	3897410	612	26	0.16460	0.230910	19.48705	0.94272	53.39857	0	0	5	0	0	36	0	0	0	0
6	2	2646750	541	23	0.15160	0.336237	13.24375	0.97340	56.15024	0	1	2	0	0	5	0	2.263068	0	0
7	33	4791150	443	19	0.16850	0.189715	23.95575	0.91366	53.80955	3	3	1	1	1	19	0	4.358699	0	0.82695
8	27	4255380	401	17	0.19890	0.212277	21.27690	0.93184	44.70502	4	0	0	4	0	16	0	4	0	0.84911
9	51	6234000	375	16	0.24120	0.149518	31.17000	0.86554	40.14891	2	1	4	0	0	21	0	4.582576	0	0
10	42	5654000	353	15	0.34720	0.162638	28.27000	0.88073	27.09660	2	1	1	0	0	6	0	2.44949	0	0
11	39	5562120	315	13	0.18770	0.165105	27.81060	0.88450	48.90914	2	1	1	0	0	6	0	2.44949	0	0
12	9	3000000	299	13	0.27400	0.297621	15.00000	0.96593	31.30732	2	2	0	2	0	8	0	2.828427	0	0.4229
13	50	6202000	281	12	0.24890	0.149518	31.01000	0.85708	38.85710	2	1	4	0	0	21	0	4.582576	0	0
14	34	4836500	267	11	0.15310	0.189041	24.18250	0.91255	58.32710	3	3	1	1	1	19	0	4.358699	0	1.23089
15	12	3166000	252	11	0.26540	0.282385	15.83000	0.96206	32.45115	2	2	0	2	0	8	0	2.828427	0	0.45793
16	43	5682000	223	9	0.22160	0.161903	28.41000	0.87957	42.51107	5	1	1	1	1	27	0	5.196152	0	1.33773
17	18	3482000	212	9	0.17260	0.257447	17.41000	0.95419	50.31141	3	1	1	1	1	11	0	3.316625	0	0.99618
18	7	3873000	199	8	0.32460	0.300361	14.86000	0.96656	28.16837	2	1	0	2	0	8	0	2.828427	0	0.84955
										Total		296.42867		10.8014					
										Rate-rata		17.43699		0.90012					

G. Pemanasan 450 C

NiO 5Zn0.5Fe2O4

No	NP	2-T.HETA	(deg)	I	I/Io	FWHM(deg)	d (nm)	theta(deg)	cos Theta	D(nm)	h	k	l	h	k	l	(hkl)2	(hkl)2	Akar dhkl	Akar dhkl	a (nm)		
1	31	35.52710	1481	100	0.45620	0.252483	17.76355	0.95232	19.07234	3	1	1	11	0	0	0	3.316625	0	0.83739	0	0.83739		
2	24	30.16620	602	40	0.51640	0.296019	15.06310	0.96555	16.61809	2	2	0	8	0	0	0	2.828427	0	0.83727	0	0.83727		
3	55	62.69110	580	39	0.48770	0.148078	31.34555	0.85455	18.89327	4	4	0	32	0	0	0	5.656854	0	0.83766	0	0.83766		
4	23	29.40500	557	37	0.47790	0.303607	14.70250	0.96726	17.92511	2	2	0	8	0	0	0	2.828427	0	0.85945	0	0.85945		
5	54	57.10220	432	29	0.50390	0.164110	28.55110	0.87839	18.72020	2	2	0	8	0	0	0	2.44949	0	0.79188	0	0.79188		
6	26	31.94000	419	28	0.49880	0.279973	15.97000	0.96141	17.27854	2	2	0	8	0	0	0	2.828427	0	0.83764	0	0.83764		
7	43	43.16500	381	26	0.49000	0.209411	21.58250	0.92989	18.18505	4	0	0	16	0	0	0	4	0	0.83833	0	0.83833		
8	33	37.12000	224	15	0.62400	0.242006	18.56000	0.94799	14.00728	2	2	2	12	0	0	0	3.464102	0	0.83726	0	0.83726		
9	52	53.57960	156	10	0.46730	0.170905	26.78980	0.89267	19.86349	4	2	2	24	0	0	0	4.898979	0	0.83726	0	0.83726		
10	39	41.20000	134	9	0.70000	0.218934	20.60000	0.93606	12.64563	1	1	3	0	11	0	0	3.316625	0	6.67588	0	6.67588		
Total										174.20900										Total		6.67588	
Rata-rata										17.42090										Rata-rata		0.83449	

H. Pemanasan 600 C

NiO 5Zn0.5Fe2O4

No	NP	2-T.HETA	(deg)	I	I/Io	FWHM(deg)	d (nm)	theta(deg)	cos Theta	D(nm)	h	k	l	h	k	l	(hkl)2	(hkl)2	Akar dhkl	Akar dhkl	a (nm)		
1	37	35.59000	781	100	0.52180	0.252051	0.95273	0.99986	15.88177	3	1	1	11	0	0	0	3.316625	0	0.83596	0	0.83596		
2	75	62.76140	327	42	0.73170	0.147829	31.38070	0.85373	13.26443	4	4	0	32	0	0	0	5.656854	0	0.83681	0	0.83681		
3	29	30.20500	257	33	0.51000	0.295648	15.10250	0.96546	16.82820	2	2	0	8	0	0	0	2.828427	0	0.83622	0	0.83622		
4	28	29.38000	250	30	0.47790	0.303607	14.69000	0.96731	17.92419	2	2	0	8	0	0	0	2.828427	0	0.85845	0	0.85845		
5	66	57.13520	213	27	0.69040	0.161085	28.56760	0.87825	10.59592	5	1	1	27	0	0	0	5.196152	0	0.83702	0	0.83702		
6	47	43.19670	185	24	0.73000	0.209265	21.59835	0.92979	12.20774	4	0	0	16	0	0	0	4	0	0.83706	0	0.83706		
7	31	32.09410	155	20	0.45170	0.278663	16.04705	0.96104	19.09757	2	1	0	4	0	0	0	1.7	0	0.83945	0	0.83945		
8	60	53.67140	111	14	0.41710	0.170634	26.83570	0.89231	22.26313	4	2	2	24	0	0	0	4.898979	0	0.83593	0	0.83593		
9	65	56.09290	103	13	0.42220	0.163828	28.04645	0.88257	22.23693	2	2	1	0	6	0	0	2.44949	0	0.83593	0	0.83593		
10	38	36.22000	87	11	0.42000	0.247811	18.11000	0.95046	20.75673	1	1	0	0	2	0	0	0	1.414214	0	0.83593	0	0.83593	
11	18	23.96510	86	11	0.65430	0.371025	11.98255	0.97822	12.94579	0	1	2	0	5	0	0	0	2.236088	0	0.83268	0	0.83268	
12	76	63.62000	77	10	0.16000	0.146138	31.81000	0.84980	60.94042	4	4	0	32	0	0	0	5.656854	0	0.82568	0	0.82568		
13	25	27.22640	76	10	0.31290	0.327277	13.61320	0.97191	27.24649	2	2	0	8	0	0	0	2.828427	0	0.82568	0	0.82568		
14	77	64.06050	74	9	0.47100	0.145239	32.03025	0.84777	20.75120	4	4	0	32	0	0	0	5.656854	0	0.8216	0	0.8216		
15	43	40.85800	72	9	0.29200	0.220687	20.42900	0.93711	30.28090	1	1	3	0	11	0	0	3.316625	0	0.83945	0	0.83945		
16	40	37.11460	67	9	0.47730	0.242040	18.55730	0.94980	18.31228	2	2	2	12	0	0	0	3.464102	0	0.83945	0	0.83945		
Total										341.52370										Total		9.28986	

LAMPIRAN II

Data Pengukuran *Magnet-Physik Dr. Steingraeber GmbH Permagraph C*

No	UKURAN	Fe3O4		NiFe2O4		ZnFe2O4		NiZn
		450	600	450	600	450	600	
1	Br (kG)	0.01	0.07	0.01	0.03	0	0.03	0.04
2	Hcb (kOe)	0.006	0.068	0.017	0.013	0.009	0.004	0.091
3	Hmax (kOe)	8.07	12.49	12.815	6.72	7.485	0.238	14.74
4	Density (g/cm ³)	3.02	2.36	3.42	3.1	2.43	3	2.89
5	Weight (g)	1.6	1.61	0.96	2.26	3.98	1.08	1.1
6	Br (kG/g)	0.00625	0.04348	0.01042	0.01327	0	0.02778	0.03636
7	Hcb (kOe/g)	0.00375	0.04224	0.01771	0.00575	0.00226	0.0037	0.08273
8	Hmax (kOe/g)	5.04375	7.75776	13.34896	2.97345	1.88065	0.22037	13.4

LAMPIRAN III

Data Hasil SEM



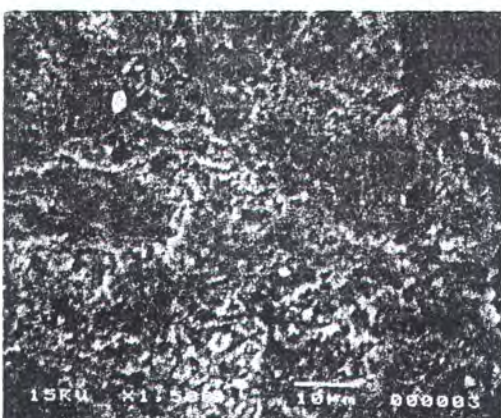
a. Hasil SEM untuk kalsinasi serbuk ferit Fe_3O_4 pada suhu 600°C



c. Hasil SEM untuk kalsinasi serbuk ferit ZnFe_2O_4 pada suhu 600°C



b. Hasil SEM untuk kalsinasi serbuk ferit NiFe_2O_4 pada suhu 600°C

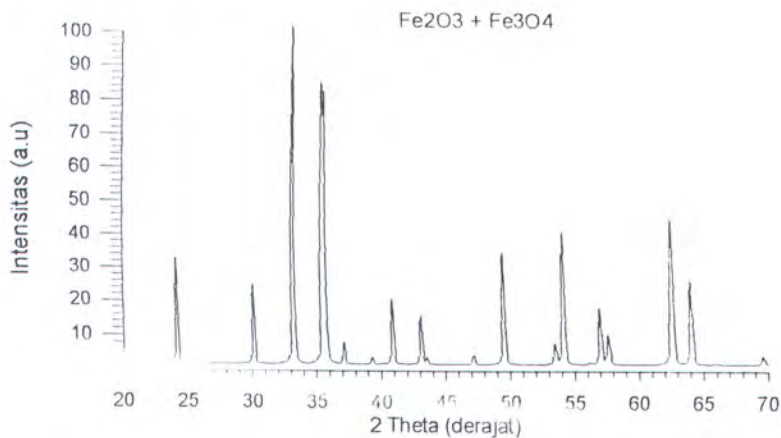


d. Hasil SEM untuk kalsinasi serbuk ferit $\text{Ni}_{0.5}\text{Zn}_{0.5}\text{Fe}_2\text{O}_4$ pada suhu 600°C

EMPIRAN IV

PDF yang digunakan

analisa kuantitatif pola XRD



atau *hkl* tiap puncak dari analisa kualitatif pola XRD

2 Theta	Fasa					
	Spinel (Fe ₃ O ₄)			Fe ₂ O ₃		
	<i>h</i>	<i>k</i>	<i>l</i>	<i>h</i>	<i>k</i>	<i>l</i>
24.148				0	1	2
30.08	2	2	0			
33.158				1	0	4
35.43	3	1	1			
35.629				1	1	0
37.061	2	2	2			
39.285				0	0	6
				1	1	3
43.058	4	0	0			
43.506				2	0	2
47.144	3	3	1			
49.461				0	2	4
54.069				1	1	6



