



LAPORAN AKHIR

PENELITIAN HIBAH BERSAING

PROGRAM DESENTRALISASI

JUDUL PENELITIAN :

Preparasi Film Tipis Nano Magnetik dengan metode Sol Gel dan Karakterisasinya untuk Aplikasi Media Perekam Berkapasitas Tinggi

Oleh :

Dr. Togar Saragi, MSi (NIDN 0026086803)
Drs. Norman Syakir, MS, MSc (NIDN 0004124903)

DIBIYAI OLEH :

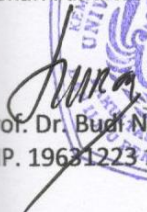
**DANA DIPA BLU UNIVERSITAS PADJADJARAN
TAHUN ANGGARAN 2012
SESUAI DENGAN SURAT KEPUTUSAN REKTOR UNIVERSITAS PADJADJARAN
Nomor : 1039/UN6.RKT/KP/2012
Tanggal : 2 FEBRUARI 2012**

**KEMENTERIAN PENDIDIKAN DAN KEBUDAYAAN
UNIVERSITAS PADJADJARAN
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
OKTOBER, 2012**

LEMBAR IDENTITAS DAN PENGESAHAN LAPORAN AKHIR
PENELITIAN HIBAH BERSAING
PROGRAM DESENTRALISASI
SUMBER DANA DP2M DIKTI KEMDIKBUD TAHUN 2012

1. Judul Penelitian : Preparasi Film Tipis Nano Magnetik dengan Metode Sol Gel dan Karakterisasinya untuk Aplikasi Media Perekam Berkapasitas Tinggi.
2. Ketua Peneliti
 - a. Nama lengkap dan gelar : Dr. Togar Saragi, M.Si
 - b. Jenis Kelamin : Pria
 - c. Pangkat/Gol/NIP/NIDN : Penata Tingkat I/IIIId/19680826 199603 1 001/0026086803
 - d. Jabatan fungsional : Lektor
 - e. Fakultas/Jurusan : MIPA/Fisika
 - f. Pusat Penelitian : LPPM Unpad
 - g. Bidang Ilmu yang diteliti : Bahan Magnetik
3. Jumlah Tim Peneliti : 1 (satu)
 - a. Nama anggota 1 : Drs. Norman Syakir, MS, MSc
 - b. Nama anggota 2 : -
4. Lokasi Penelitian : Laboratorium Fisika Material Jurusan Fisika FMIPA UNPAD
5. Bila penelitian ini merupakan peningkatan kerjasama kelembagaan sebutkan :
 - a. Nama institusi : -
 - b. Alamat : -
6. Jangka waktu penelitian : 8 bulan, mulai dari bulan Februari s.d Oktober 2012
7. Total Biaya yang setuju : Rp. 38.750.000, terbilang : (tiga puluh delapan juta tujuh ratus lima puluh ribu rupiah)
8. Biaya tahun ke-1 : Rp. 38.750.000,-
Biaya tahun ke-2 : Rp. 70.000.000,-

Mengetahui,
Dekan Fakultas MIPA



Prof. Dr. Budi Nurani R, MS
NIP. 19631223 198803 2 001

Jatinangor, 30 Oktober 2012

Ketua Peneliti,


Dr. Togar Saragi, MSi
NIP. 19680826 1993 1 001

Menyetujui,
Ketua Lembaga Penelitian dan
Pengabdian Kepada Masyarakat
Universitas Padjadjaran


Prof. Dr. Wawan Hermawan, MS
NIP. 19620527 198810 1 001

ABSTRAK

Dalam penelitian tahap I ini, telah berhasil disintesis bahan magnetik CoFe_2O_4 dengan metode sol gel. Prekursor Co^{2+} menggunakan senyawa $[\text{Co}(\text{CH}_3\text{COO}_2)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}]$ dan prekursor Fe^{3+} menggunakan senyawa $[\text{Fe}(\text{CH}_3\text{COO}_2)_2 \cdot 9\text{H}_2\text{O}]$ dicampur dengan variasi mol persen Co^{2+} : 33%, 40% dan 50%, dilarutkan dalam 2-methoxyethanol (100 cc) dan diethanolamine (2 cc). Selanjutnya campuran bahan dan larutan tersebut direfluks pada suhu 70°C selama 12 jam. Hasil pengukuran XRD ditunjukkan bahwa kristal CoFe_2O_4 sudah terbentuk. Hasil pengukuran Vibrating Sample Magnetometer (VSM) menunjukkan karakteristik *easy-axis* terjadi pada aplikasi medan magnetik tegak lurus bidang sampel. Parameter karakteristik magnetik sampel target dengan 33% Co adalah $M_r = 5,3277$ emu/gr, $H_c = 138,8$ Oe, $B_r = 65,3859$ kOe, dan $\text{BH}_{\text{maks}} = 2,2804$ MGOe. Sedangkan parameter karakteristik magnetik sampel lapisan tipis 33% Co adalah $m_r = 1,8261 \times 10^{-4}$ emu, $H_c = 651,064$ Oe, sampel lapisan tipis 40% Co adalah $m_r = 3,5997 \times 10^{-4}$ emu, $H_c = 426,4633$ Oe, dan sampel lapisan tipis 50% Co adalah $m_r = 3,8984 \times 10^{-4}$ emu, $H_c = 542,5$ Oe. Peningkatan nilai saturasi magnetik sebanding dengan peningkatan persentasi mol Co^{2+} .

Kata kunci: CoFe_2O_4 , sol gel, nano magnetik, hysteresis loop, magnetisasi saturasi, koercive field.

ABSTRACT

Synthesis of magnetic materials CoFe_2O_4 have been succesfully done by utilize of sol gel methods. The Co^{2+} precursor is $[\text{Co}(\text{CH}_3\text{COO}_2)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}]$ compound and Fe^{3+} precursor is $[\text{Fe}(\text{CH}_3\text{COO}_2)_2 \cdot 9\text{H}_2\text{O}]$ compounds. All the precursors were mixing with the variation of percent mol concentration by 33%, 40% and 50% for ion Co^{2+} , solved in the solution of 2-methoxyethanol (100 cc) and diethanolamine (2 cc). The solution was reflux at temperature of 70°C for 12 hours to increase of the reaction of ion. The XRD measurements show the crystal of CoFe_2O_4 . The magnetic characteristic of bulk CoFe_2O_4 in 33 % percent mol were $M_r = 5,3277$ emu/gr, $H_c = 138,8$ Oe, $B_r = 65,3859$ kOe, $\text{BH}_{\text{maks}} = 2,2804$ MGOe. The Vibrating Sample Magnetometer (VSM) measurements show that the *easy-axis* are in perpendicular plane. The magnetic characteristic of thin films CoFe_2O_4 in 33 % mol were $m_r = 1,8261 \times 10^{-4}$ emu, $H_c = 651,064$ Oe, in 40% mol Co were $m_r = 3,5997 \times 10^{-4}$ emu, $H_c = 426,4633$ Oe, and in 50% mol Co were $m_r = 3,8984 \times 10^{-4}$ emu, $H_c = 542,5$ Oe. The magnetic saturation of thin films increase by increasing of percent mol of Co^{2+} ion.

Key Words: CoFe_2O_4 , sol gel, nano magnetic, hysteresis loop, saturation magnetisation, coercive field

KATA PENGANTAR

Puji dan syukur penulis panjatkan kehadirat Tuhan Yang Maha Esa atas rahmat dan karuniaNya hingga penulis dapat melakukan penelitian hibah bersaing tahap satu ini. Dalam keterbatasan dana dan peralatan kami terus berusaha agar penelitian ini dapat mencapai target. Hasil penelitian ini telah dipresentasikan pada Seminar Nasional Fisika Terapan III, 2012 di Jurusan Fisika Fakultas Science dan Teknologi, Universitas Airlangga, Surabaya, pada hari Sabtu, tanggal 15 September 2012, dan dua skripsi mahasiswa. Tahap satu ini masih dalam penyempurnaan untuk menghasilkan kualitas magnet yang sangat baik sebagaimana telah diusulkan dalam penelitian tahap II.

Penulis juga mengucapkan terimakasih kepada Universitas Padjadjaran melalui LPPM Unpad, dan semua pihak yang membantu terselenggaranya penelitian ini. Semoga Tuhan Yang Maha Kuasa membalaskan semua saran, koreksi demikian juga segala kebaikan yang telah diberikan.

Atas nama peneliti kami sangat mengharapkan saran dan kritik yang membangun dari semua pembaca demi pencapaian hasil yang lebih baik.

Jatinangor, 30 Oktober 2012

a.n Peneliti

(Dr. Togar Saragi, MSi)

NIP. 19680826 199603 1 001

DAFTAR ISI

	hal
Lembar Identitas dan Pengesahan Laporan Akhir	2
Abstrak/Abstract	3
Kata Pengantar	4
Daftar Isi	5
Daftar Tabel	6
Daftar Gambar/Illustrasi	7
BAB I PENDAHULUAN	8
1.1 Latar Belakang	8
1.2 Permasalahan	9
1.3 Tujuan dan Kegunaan	9
1.4 Jadwal Pelaksanaan	10
1.5 Personalia	10
1.6 Lokasi dan Objek Penelitian	10
BAB II KAJIAN PUSTAKA, KERANGKA PEMIKIRAN DAN HIPOTESIS	12
2.1 Kajian Pustaka	12
2.2 Kerangka Pemikiran	13
2.3 Hipotesis	13
BAB III METODE PENELITIAN	14
3.1 Bahan dan Peralatan	14
3.2 Desain Penelitian dan Tahapan Penelitian	16
3.3 Analisa Data	19
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN	20
BAB V SIMPULAN DAN SARAN	25
DAFTAR PUSTAKA	26
LAMPIRAN	27

DAFTAR TABEL

hal

- Tabel 1 Perbandingan persentase mol, jumlah mol dan jumlah gram yang ditimbang masing-masing ion-ion logam Co dan Fe
- Tabel 2 Nilai parameter magnetik lapisan $\text{CoFe}_2\text{O}_4/\text{SiO}_2$, dengan aplikasi medan magnet, **H** tegak lurus bidang sampel.

DAFTAR GAMBAR/ILUSTRASI

hal

- Gambar 1 Bahan kimia sebagai prekursor
- Gambar 2 Diagram alir tahapan eksperimen
- Gambar 3 Proses kalsinasi dan sintering bahan magnet CoFe_2O_4
- Gambar 4 Pola XRD target CoFe_2O_4 sesudah sintering, o (Fe_2O_3), ● (CoFe_2O_4)
- Gambar 5 Karakteristik butiran bahan magnet CoFe_2O_4 dengan menggunakan SEM Hitachi S-4800
- Gambar 6 Hasil pengukuran Vibrating Sample Magnetometer (VSM) CoFe_2O_4 . Sebelah kiri adalah grafik loop M-H dan sebelah kanan adalah loop B-H.
- Gambar 7 Pola XRD lapisan tipis CoFe_2O_4 dengan variasi % Co^{3+} .
- Gambar 8 Grafik VSM lapisan tipis CoFe_2O_4 pada \vec{H} sejajar bidang sampel (warna hitam) dan \vec{H} tegak lurus bidang sampel (warna merah) dengan perbandingan persen mol (a) 33% Co^{2+} dan 67% Fe^{3+} , (b) 40% Co^{2+} dan 60% Fe^{3+} , dan (c) 50% Co^{2+} dan 50% Fe^{3+} .
- Gambar 9 Grafik VSM lapisan tipis CoFe_2O_4 dengan variasi % mol Co^{2+} (H sejajar bidang).
- Gambar 10 Grafik VSM lapisan tipis CoFe_2O_4 dengan variasi % mol Co^{2+} (H tegak lurus bidang).

BAB I PENDAHULUAN

1.1 LATAR BELAKANG

Film tipis permanen magnetik dari bahan ferrite sangat menarik dalam aplikasi industri sebagai media perekam berkapasitas (densitas) tinggi. Hal ini disebabkan karena bahan ini memiliki magnetisasi saturasi yang cukup tinggi (80 emu/gr), koersivitas yang tinggi (5400 Oe), sifat mekanik yang kuat dan kestabilan kimia (1). M. William, dkk., melaporkan bahwa media perekam berkapasitas (densitas) tinggi memerlukan lebar transisi yang kecil, dan sebanding dengan $M_r t / H_c$, dimana M_r adalah magnetisasi remanen, t adalah ketebalan lapisan tipis dan H_c adalah koersivitas magnetik (2). Karakteristik ini merupakan syarat penting dalam pengembangan kontak media perekam khususnya dalam preparasi ketebalan lapisan tipis dan ukuran nanopartikel. Untuk mengoptimalkan kapasitas media perekam, preparasi lapisan tipis dapat juga dibuat dalam bentuk nanokomposit dari partikel-partikel logam atau oksida yang didispersikan dalam matriks polymer, keramik atau vitreous (3), khususnya dalam matriks insulator (4). Metode ini mampu menghasilkan nanopartikel yang memiliki rasio permukaan/volum yang jauh lebih tinggi dibandingkan dengan bulk. Jae-Gwang Lee, dkk. melaporkan bahwa bahan magnet CoFe_2O_4 dapat diaplikasikan sebagai media perekam berkapasitas tinggi jika diameter partikelya dibawah 10 nm.

Beberapa metode yang dapat digunakan untuk preparasi lapisan tipis magnetik ferrite adalah laser ablation, sputtering dan ion beam (5,6,7,8). Namun untuk aplikasi praktis bahan ini pada media perekam magnetik, maka metode sol-gel merupakan alternatif yang sangat baik, khususnya dalam preparasi film tipis *ultra-fine particle* yang didispersikan dalam berbagai matriks. Morfologi sampel, teksture, struktur dan komposisi kimia dapat diperoleh secara teliti melalui kontrol parameter preparasi (9).

Permanen magnet lain yang dapat dikembangkan sebagai media perekam adalah barium ferrite, namun salah satu prekursor $\text{Ba}(\text{NO}_3)_2$ sangat mudah eksplosif. Demikian juga dalam hal preparasi, film tipis barium ferrite memerlukan suhu annealing yang tinggi (700 - 950°C) sehingga penggunaan substrat konvensional tidak dapat dilakukan.

Dewasa ini berbagai usaha dilakukan untuk meningkatkan karakteristik magnetik terutama ukuran dan distribusi butiran (10). Interaksi butiran atau kopling antara butiran magnetik akan menjadi sumber noise yang akhirnya akan membatasi kinerja media perekaman pada area densitas yang besar (11). Namun hal ini bisa diatasi melalui preparasi nanomagnetik. Ukuran kristal orde ~ 50 nm akan mampu meminimasi perbandingan sinyal dan noise (signal-to-noise ratio (SNR)) dalam bahan perekam densitas tinggi (ultrahigh density recording) (12,13).

Bahan magnet menunjukkan perilaku yang berbeda-beda dalam kehadiran medan magnet, yaitu perubahan medan magnet sampel itu sendiri, atau melalui gaya yang dialami sampel akibat distribusi medan magnet (14). Setiap bahan magnetik dalam skala atom akan menghasilkan arus (kecil) sebagai akibat dari orbit elektron sekitar inti dan spin elektron pada sumbunya. Ketika medan magnet diaplikasikan maka akan terjadi penyearahan dipol-dipol magnetik, dan medium tersebut akan terpolarisasi secara magnetik (termagnetisasi) (15).

1.2 PERMASALAHAN

Permasalahan yang akan dikaji dalam penelitian ini adalah:

- a. Bagaimana menghasilkan bulk CoFe_2O_4 dalam ukuran nano partikel dengan metode sol gel,
- b. Bagaimana menghasilkan lapisan tipis CoFe_2O_4 dengan metode spin coating,
- c. Bagaimana menghasilkan karakteristik kristal, SEM dan magnetik dari sampel bulk dan lapisan tipis CoFe_2O_4 .

1.3 TUJUAN DAN KEGUNAAN

Tujuan dari penelitian ini adalah:

- a. Menghasilkan bulk CoFe_2O_4 dalam ukuran nano partikel dengan metode sol gel,
- b. Menghasilkan lapisan tipis CoFe_2O_4 dengan metode spin coating,
- c. Menghasilkan karakteristik kristal, SEM dan magnetik dari sampel bulk dan lapisan tipis CoFe_2O_4 .

Sedangkan kegunaan dari penelitian ini adalah:

- a. Mengembangkan penelitian bahan magnet dengan metode yang sederhana (tanpa teknik vakuum yang membutuhkan dana yang sangat besar) untuk aplikasi magnet keras dan dalam aplikasi mikrowave (seperti absorber mikrowave, resonator dan sensor magnetik)
- b. Meningkatkan kompetensi peneliti dalam bidang magnetik
- c. Menghasilkan publikasi nasional terakreditasi. Hasil dari penelitian ini telah dipresentasikan pada Seminar Nasional Fisika Terapan III, 2012 di Jurusan Fisika Fakultas Science dan Teknologi, Universitas Airlangga, Surabaya, pada hari Sabtu, tanggal 15 September 2012, dengan Judul: Preparasi Film Tipis Nano Magnetik CoFe_2O_4 dengan Metode Sol Gel dan Karakterisasinya untuk Media Perekam Berkapasitas Tinggi

d. Selain Paper yang dipresentasikan di atas, hasil penelitian ini juga akan digunakan untuk tugas akhir mahasiswa. Jumlah skripsi yang akan dihasilkan adalah sebanyak 2 (dua) buah skripsi dengan rincian sebagai berikut:

1. Nama Mahasiswa: Thompson Nainggolan (NPM:). Judul Skripsi: Preparasi Bahan Magnet CoFe_2O_4 dengan Metode Sol-Gel. Pembimbing Utama: Dr. Togar Saragi, MSi, dan embimbing Pendamping: Dr. Risdiana, M. Eng. Mahasiswa tersebut telah melakukan Seminar Usulan Proposal (UP).
2. Nama Mahasiswa: Cristian. Judul Skripsi: Pengaruh Komposisi Ion-ion Logam Co dan Fe terhadap Karakteristik Magnetik Bahan Magnet CoFe_2O_4 . Pembimbing Utama: Dr. Togar Saragi MSi, dan Pembimbing Pendamping Drs. Norman Syakir, MS, MSc

1.4 JADWAL PELAKSANAAN

No.	Kegiatan	Bulan							
		1	2	3	4	5	6	7	8
1	Persiapan alat								
2	Pembelian bahan-bahan kimia								
3	Pembuatan film tipis								
4	Karakterisasi								
5	Analisa data								
6	Seminar								
7	Pembuatan laporan								

1.5 PERSONALIA

No	Nama dan Gelar Akademik	Bidang Keahlian	Instansi	Alokasi waktu (jam/minggu)
1	Dr. Togar Saragi, MSi	Material Magnet	Fisika UNPAD	10
2	Drs. Norman Syakir, MS, MSc	Fisika Material	Fisika UNPAD	8

1.6 LOKASI DAN OBJEK PENELITIAN

Lokasi penelitian dilaksanakan di Laboratorium Advance Material dan Renewable Energi (LAMRE) / Laboratorium Material Maju dan Energi Terbarukan.

Objek Penelitian:

Jenis material :

Film tipis magnetik permanen ferrite CoFe_2O_4 dari bahan prekursor $\text{Co}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ dan $\text{Fe}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$, tetraethylorthosilicate dengan pelarut methoxyethanol, ethyl alkohol dan diethanolamine. Pemilihan bahan ini (CoFe_2O_4) didasarkan pada beberapa keunggulan yang dimilikinya antara lain: magnetisasi saturasi dan koercivitas yang tinggi, sifat mekanikal yang kuat dan stabilitas kimia yang baik.

Segi Penelitian :

- (i) Pembuatan film tipis magnetik permanen ferrite CoFe_2O_4 dari prekursor $\text{Co}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ dan $\text{Fe}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ dengan menggunakan metode sol-gel
- (ii) Karakterisasi sifat magnetik dan struktur film tipis magnetik permanen ferrite
- (iii) Optimasi komposisi pelarut, komposisi tetraethylorthosilicate
- (iv) Karakterisasi sifat magnetik dan struktur film tipis magnetik permanen ferrite

BAB II KAJIAN PUSTAKA, KERANGKA PEMIKIRAN DAN HIPOTESIS

2.1 Kajian Pustaka

Bahan Fe memiliki saturasi magnetisasi yang tinggi 1714 Oe dan setiap cm^3 terdapat momen magnetik sebesar 1700 emu, suatu besaran yang sangat tinggi jika dibandingkan dengan bahan paramagnetik pada medan yang sama yang hanya memiliki magnetisasi sebesar 10^{-3} emu/ cm^3 (16).

Cobalt ferrite (CoFe_2O_4) adalah oksida kubik dengan struktur inverse spinel (9). Dalam hal ini sisi oktahedral B diisi oleh 8 kation Co^{2+} dan 8 kation Fe^{3+} , sedangkan sisi tetrahedral A diisi oleh 8 kation Fe^{3+} sisa. Bahan ini memiliki magnetisasi saturasi dan anisotropi magneto-kristalin yang tinggi ($K_1 = +2 \times 10^6$ erg/ cm^3), saturasi magnetik (33.44 kWb/ m^2), stabilitas kimia yang tinggi dan sifat mekanik yang kuat (13,17,18), dan akan menjadi generasi baru dalam pengembangan disk magneto-optical (MO) (19), millimetre-wave filters, phase shifters dan non-reciprocal devices with frequency tuning provided by an external magnetic field (20, 21), Coplanar Waveguides (CPWs) dalam microwave integrated circuits (MICs) dan monolithic microwave integrated circuits (MMICs) (22,23,24). Kapasitas/Kerapatan linier yang tinggi (*High linear densities*) sangat mungkin dicapai dengan adanya lebar transisi yang sangat sempit pada perbandingan $M_r t/H_c$, dimana M_r adalah magnetisasi remanen, t adalah ketebalan film tipis dan H_c adalah koersivity.

Karakteristik magnetik dari partikel kecil bergantung pada waktu relaksasi τ , seperti pada peramaan berikut (25):

$$\tau = \tau_0 \exp\left(\frac{KV}{k_B T}\right) \quad 1$$

dimana $\tau = \Gamma_0^{-1}$, Γ_0 adalah frekuensi dalam orde $10^9 - 10^{13}$ s^{-1} , k_B adalah konstanta Boltzmann, T adalah temperatur, K adalah konstanta anisotropy dan V adalah volume partikel. Misalkan sebuah sistim (bahan) terdiri dari partikel-partikel domain tunggal yang tidak berinteraksi dalam matriks padatan bukan magnetik, jika $k_B T > KV$ maka waktu relaksasinya akan menjadi kecil dan vektor magnetisasi akan berotasi dengan cepat sebagai respon terhadap perubahan medan aplikasi atau temperatur. Respon ini akan terlihat dari pengukuran histeresis loop yaitu kurva antara magnetisasi terhadap aplikasi medan magnet.

Beberapa faktor yang mempengaruhi stabilitas dalam larutan dan stabilitas untuk aplikasi *spin coating* adalah (26):

1. pH larutan
2. Konsentrasi ion-ion logam
3. Suhu preparasi
4. Viskositas larutan prekursor, dan

5. Putaran *spin coating*.

Tiga bagian pertama sangat berperan dalam preparasi dengan metode sol gel, sedangkan dua bagian terakhir sangat berperan dalam preparasi lapisan tipis dengan metode spin coating.

2.2 Kerangka Pemikiran

Penelitian nano partikel memerlukan peralatan mulai dari metode yang sederhana/murah sampai dengan metode yang sangat mahal. Kuncinya adalah bagaimana mengefektifkan peralatan yang sederhana namun menunjukkan hasil yang bagus. Kerangka yang lain adalah meningkatkan rasio nano partikel terhadap volume sehingga kualitas magnetik yang dihasilkan sangat tinggi. Oleh karena itu kerangka pemikiran kami dalam penelitian ini adalah menghasilkan nano partikel dengan metode sol gel dan spin coating.

2.3 Hipotesis

Untuk menghasilkan nano partikel, maka dilakukan beberapa hipotesa dalam penelitian ini, yaitu:

- a. dengan mengontrol pH larutan, akan dihasilkan sol gel yang bagus
- b. senyawa CoFe_2O_4 akan terbentuk dalam setiap persen mol ion Co dan ion Fe
- c. tanpa melakukan penyaringan dapat dihasilkan nano partikel dalam sol gel dan larutan ini dapat langsung digunakan untuk preparasi lapisan tipis dengan metode spin coating

BAB III METODE PENELITIAN

3.1 Bahan Dan Peralatan

Bahan yang digunakan terdiri dari:

- $\text{Co}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ sebagai bahan prekursor ion Co^{2+}
- $\text{Fe}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ sebagai bahan prekursor ion Fe^{3+}
- methoxyethanol sebagai pelarut dan
- diethanolamine sebagai penyeimbang pH (untuk memperoleh pH sekitar 9,5)



Gambar 1. Bahan kimia sebagai prekursor

Karakteristik pelarut dan prekursor adalah sebagai berikut:

- 2-methoxyethanol. Sinonimnya adalah: Methyl Cellosolve, Methyl glycol, Ethylene glycol monomethyl ether. Rumus kimia: $\text{C}_3\text{H}_8\text{O}_2$, dengan berat molekul: 76,09 g/mol, pH 5,0 - 7,0 pada 25 °C, titik leleh -85 °C, titik uap awal 124 - 125 °C, larut dalam air.
- Diethanolamine
Sinonim : Bis(2-hydroxyethyl)amine, 2,2'-Iminodiethanol. Rumus kimia $\text{C}_4\text{H}_{11}\text{NO}_2$, berat molekul 105,14 g/mol. pH 11,0 - 12 pada 105 g/l pada suhu 25 °C, titik leleh 28 °C, titik uap awal dan rentang uap 217 °C pada 200 hPa. Tingkat kelarutan dalam air/water solubility 105 g/l pada 20 °C (larut secara sempurna).
- $\text{Co}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$
Sinonims: Cobaltous acetate tetrahydrate. Formula: $\text{C}_4\text{H}_6\text{CoO}_4 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$, Molecular Weight: 249,08 gmol. Product Number: 403024 (Sigma Aldrich).

4. $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$

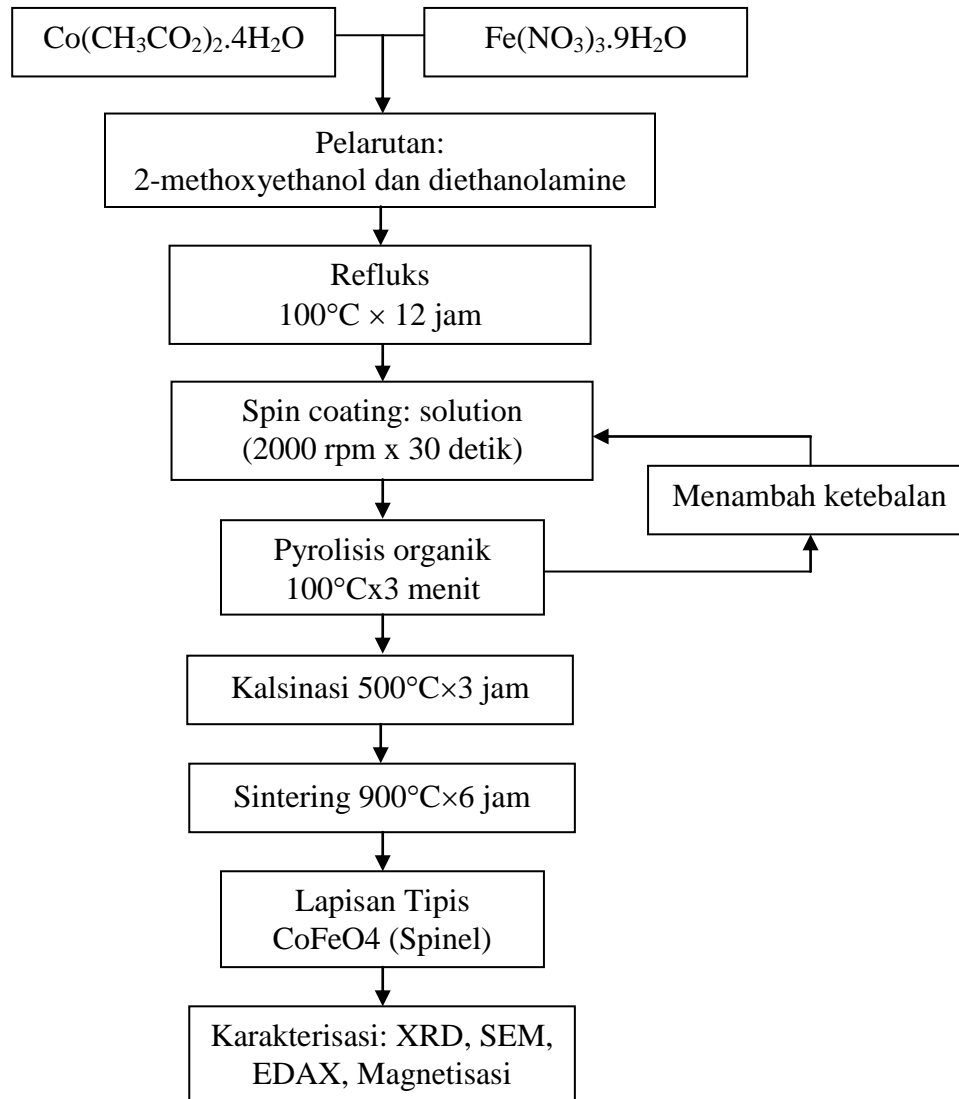
Sinonims: Ferric nitrate nonahydrate. Formula: $\text{FeN}_3\text{O}_9 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$, Molecular Weight: 404,00 gmol. Product Number: 216828 (Sigma Alcridh).

Peralatan yang digunakan adalah:

No	Nama Alat	Lokasi	Kegunaan	Keadaan
1.	Timbangan (nst: 0.1 mg)	LAMRE-UNPAD	Alat menimbang	baik
2.	Magnetik stirer	LAMRE-UNPAD	Penyiapan larutan	baik
3.	Gelas baker	LAMRE-UNPAD	Penyiapan larutan	baik
3.	Ultrasonic bath	LAMRE-UNPAD	Penyiapan substrat	baik
4.	Oven	LAMRE-UNPAD	Annealing film	baik
5.	Glove box	LAMRE-UNPAD	Penyiapan film	baik
6.	Spin-coater	LAMRE-ITB	Fabrikasi film	baik
7.	SEM	MESIN ITB	Karakterisasi film tipis	baik
8.	X-Ray difraction	FISIKA ITB	Karakterisasi film tipis	baik
9.	SEM	PPPGL	Karakterisasi permukaan dan ketebalan	baik
10.	VSM	Batan Serpong	Karakterisasi MH dan MT	baik

3.2 Disain Penelitian dan Tahapan Penelitian

Dalam penelitian ini akan dilakukan preparasi film tipis permanen magnet dari bahan cobalt ferrite dengan metode sol-gel. Tahapan eksperimen secara lengkap ditampilkan pada diagram alir seperti pada Gambar 2 berikut:



Gambar 2. Diagram alir tahapan eksperimen

Komposisi ion logam Co^{2+} dan ion logam Fe^{3+} ditetapkan dengan perbandingan persentasi mol, dengan perbandingan persentase mol $\text{Co}^{2+}:\text{Fe}^{3+} = 33\%:67\%$ (komposisi I), $40\%:67\%$ (komposisi II), dan $50\%:50\%$ (komposisi III). Mol total adalah 0,015 mol. Untuk menentukan mol masing-masing ion logam, dilakukan konversi rumus berikut:

$$\% \text{ mol Co}^{2+} = \frac{\text{mol}_{\text{Co}}}{\text{mol}_{\text{total}}} \times 100\% \quad 1$$

dengan demikian mol_{Co} atau mol_{Fe} dapat ditentukan dengan persamaan berikut:

$$\text{mol}_{\text{Co}} = \frac{\% \text{ mol Co}^{2+} \times \text{mol}_{\text{total}}}{100 \%}, \text{ dan } \text{mol}_{\text{Fe}} = \frac{\% \text{ mol Fe}^{3+} \times \text{mol}_{\text{total}}}{100 \%} \quad 2$$

Berat masing-masing ion logam yang ditimbang dirumuskan sebagai:

$$\text{gr Co}^{2+} = \text{mol}_{\text{Co}} \text{ Mr } [\text{Co}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 2.4\text{H}_2\text{O}] \quad 3$$

$$\text{gr Fe}^{3+} = \text{mol}_{\text{Fe}} \text{ Mr } [\text{Fe}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 2.9\text{H}_2\text{O}] \quad 4$$

Perbandingan persentase mol, jumlah mol dan jumlah gram yang ditimbang masing-masing ion-ion logam Co dan Fe dituliskan dalam tabel berikut.

Tabel 1. Perbandingan persentase mol, jumlah mol dan jumlah gram yang ditimbang masing-masing ion-ion logam Co dan Fe.

No	Persentase mol (%)		Jumlah mol (mmol)		jumlah gram (gr)	
	Co^{2+}	Fe^{3+}	Co^{2+}	Fe^{3+}	Co^{2+}	Fe^{3+}
1	33	67	4,95	10,05	1,4050	2,9300
2	40	60	6,00	9,00	1,6860	2,6370
3	50	50	7,50	7,50	2,1075	2,1975

Perhitungan gram di atas dapat juga dilakukan dengan perhitungan Molar (M) dengan persamaan:

$$\text{Molar (M)} = \frac{\text{mol (n)}}{\text{volume (V) (liter)}} \quad 5$$

Dalam penelitian ini jumlah total volume larutan adalah 52 ml (52 cc = 0,052 liter) terdiri dari larutan 2-methoxyethanol (50 cc) dan diethanolamine (2 cc). Molar total (M) = 0,288 (mol total 0,015, dan volume 0.052 liter). Dengan demikian jumlah mol dan gram yang ditimbang dapat ditentukan.

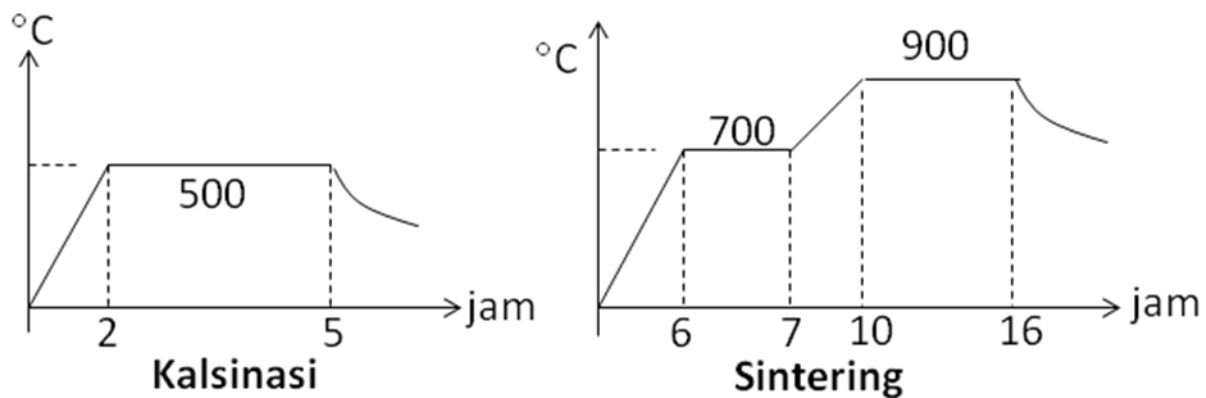
Selanjutnya dilakukan eksperimen dengan mengikuti tahapan berikut:

1. Menimbang sejumlah gram sesuai dengan komposisi tertentu seperti pada Tabel 2 di atas, dan dimasukkan ke dalam baker gelas yang telah diisi dengan 2-methoxyethanol sebanyak 50 cc dan diethanolamine 2 cc
2. Meletakkan bahan tersebut di atas hot plate dan dipanaskan pada suhu 90°C sambil diputar,
3. Melakukan proses refluks pada suhu 100°C selama 2 jam,
4. Memanaskan larutan pada tahap 3 pada suhu sekitar 100°C sampai diperoleh gel dengan viskositas yang lebih kental.

5. Sebagian bahan pada langkah 4 di atas dikeringkan untuk preparasi serbuk atau bulk dan sebagian lagi dilakukan proses spin coating untuk memperoleh lapisan tipis.

Preparasi Serbuk/Target Dan Lapisan Tipis

Preparasi serbuk CoFe_2O_4 dilakukan dengan melakukan pemanasan terhadap gel yang sudah terbentuk pada proses eksperimen seperti yang diuraikan dalam Gambar 1 di atas. Proses pemanasan dilakukan dengan dua tahapan, yaitu: kalsinasi dan sintering seperti ditunjukkan pada Gambar 3 berikut:



Gambar 3. Proses kalsinasi dan sintering bahan magnet CoFe_2O_4

Sedangkan preparasi lapisan tipis CoFe_2O_4 dilakukan dengan melapiskan gel CoFe_2O_4 di atas substrat SiO_2 . Proses iterasi dilakukan sebanyak 3 kali, kemudian dikalsinasi dan disintering sama seperti Gambar 2 di atas.

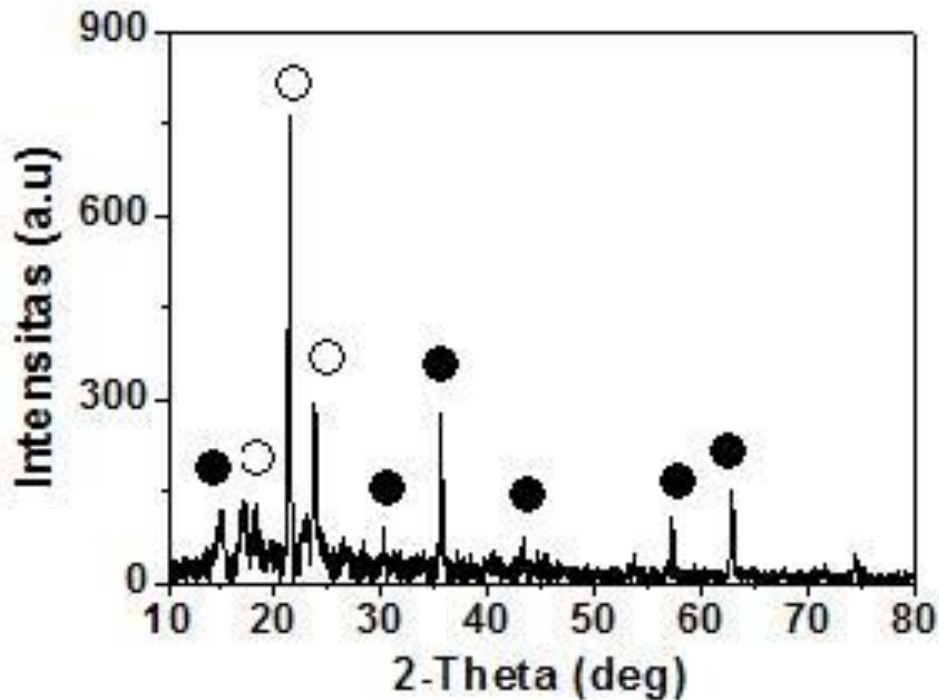
3.3 Analisa Data

Analisa data dilakukan sesuai dengan pengukuran yang dilakukan, seperti dalam uraian berikut:

- a. Analisa data dari hasil XRD meliputi: identifikasi puncak, ukuran kristal
- b. Analisa SEM/EDAX meliputi distribusi butiran, bentuk butiran, ukuran butiran, dan komposisi stoikiometri bahan yang dihasilkan
- c. Analisa SQUID meliputi MH Loop: medan remanen, medan koersif, saturasi, (BH)maks, dan karakteristik MT Loop (keadaan magnetisasi terhadap suhu).

BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN

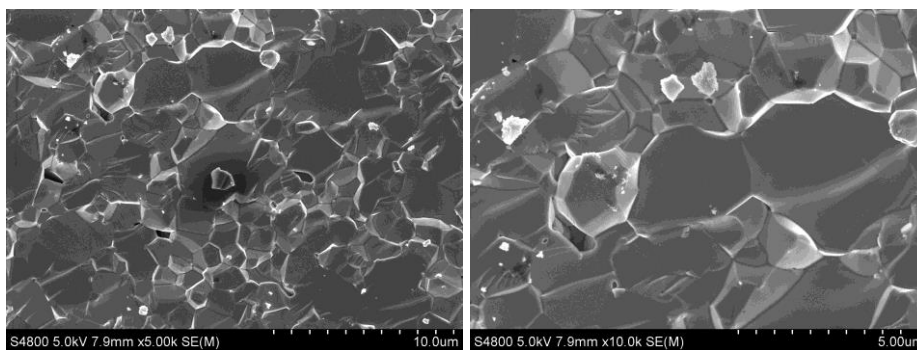
Hasil pengukuran XRD target CoFe_2O_4 setelah proses sintering ditunjukkan pada Gambar 4 berikut:



Gambar 4. Pola XRD target CoFe_2O_4 sesudah sintering, o (Fe_2O_3), ● (CoFe_2O_4)

Dari hasil pengukuran XRD ditunjukkan bahwa bahan magnet CoFe_2O_4 telah menghasilkan phase kristal, namun masih memiliki impuritas Fe_2O_3 , sehingga fraksi volume CoFe_2O_4 menjadi berkurang.

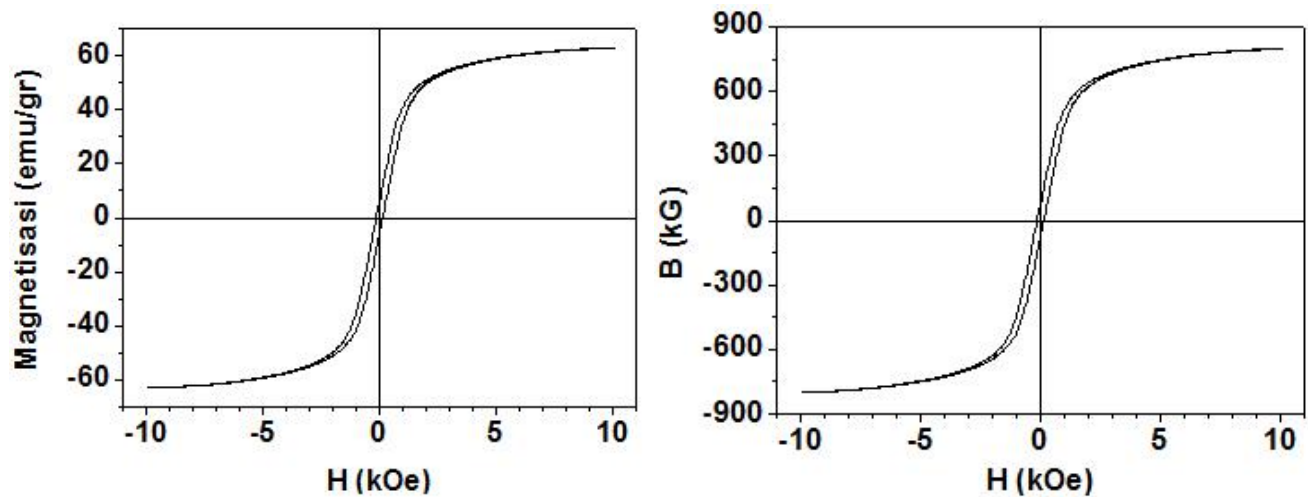
Hasil pengukuran SEM target CoFe_2O_4 dengan perbandingan mol persen ion $\text{Co} = 33\%$; $\text{Fe} = 67\%$ ditunjukkan pada Gambar 5 berikut:



Gambar 5. Karakteristik butiran bahan magnet CoFe_2O_4 dengan menggunakan SEM Hitachi S-4800

Berdasarkan hasil pengukuran SEM diperoleh karakteristik morfologi ukuran butiran yang berbeda-beda. Perbedaan ini terjadi oleh karena adanya koagulasi beberapa antar partikel pada suhu 900°C .

Hasil pengukuran Vibrating Sample Magnetometer (VSM) CoFe_2O_4 dengan perbandingan mol persen Co (33%) dan Fe (67%) ditunjukkan pada Gambar 6 berikut.



Gambar 6. Hasil pengukuran Vibrating Sample Magnetometer (VSM) CoFe_2O_4 .
Sebelah kiri adalah grafik loop M-H dan sebelah kanan adalah loop B-H.

Kurva loop B-H diolah dengan menggunakan persamaan:

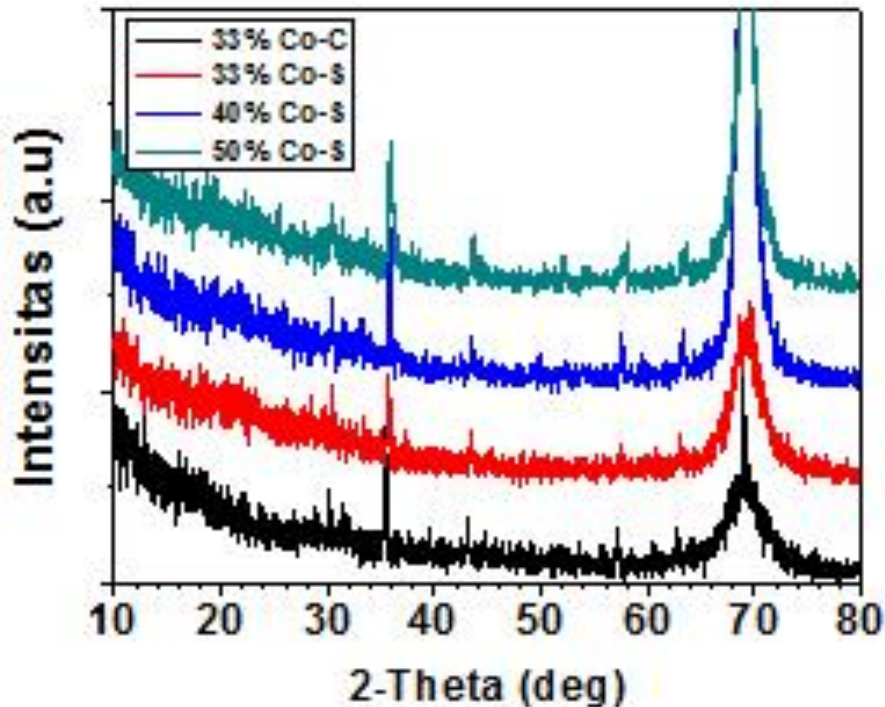
$$\vec{B} = \vec{H} + 4\pi\vec{M} \quad 6$$

Persamaan 6 adalah dalam sistim CGS, dimana satuan \vec{B} adalah kilo Gauss (kG), \vec{H} dalam kOersted (kOe), dan \vec{M} dalam emu.

Dari hasil pengukuran tersebut dilakukan pengolahan data dan diperoleh karakteristik magnetik Magnetisasi Remanen (M_r) adalah 5,3277 emu/gr, Medan Koercive (H_c) adalah 0,1388 kOe (138,8 Oe), medan induksi remanen (B_r) adalah 65,3859 kOe dan Energi Maksimum $BH_{maks} = 2,2804$ MGOe. Secara keseluruhan serbuk/target telah menghasilkan karakteristik kristal dan magnetik yang relatif baik, dan dapat ditingkatkan dengan optimasi pada tahapan proses.

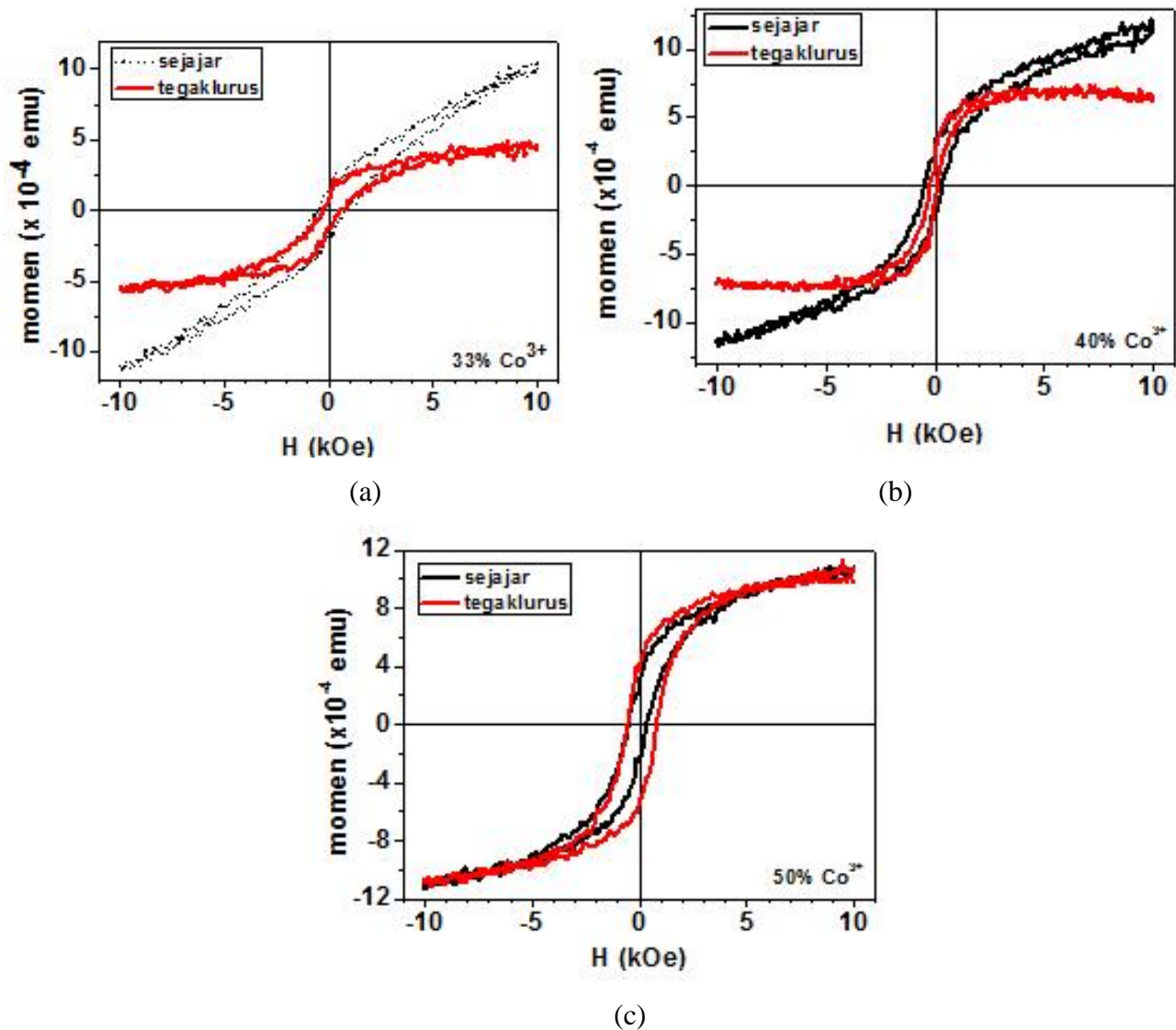
Hasil XRD lapisan tipis CoFe_2O_4 ditunjukkan pada Gambar 7. Kurva (hitam) adalah sampel dengan perbandingan persentasi mol 33% Co dan 67 % Fe setelah kalsinasi suhu 500°C selama 3 jam, warna merah adalah sampel dengan perbandingan persentasi mol 33% Co dan 67 % Fe setelah sintering pada suhu 900°C selama 6 jam, warna biru adalah sampel dengan perbandingan persentasi mol 40% Co dan 60 % Fe setelah sintering 900°C selama 6 jam, dan warna hijau adalah sampel dengan perbandingan persentasi mol 50% Co dan 50 % Fe setelah sintering 900°C selama 6 jam. Dari hasil XRD dapat dianalisa bahwa puncak CoFe_2O_4 terdapat pada $2\theta = 35^\circ$ dan 57° , namun impuritas Fe_3O_4 muncul pada $2\theta = 30^\circ$, dan Fe_2O_3 pada $2\theta=57^\circ$ (walaupun pada sudut ini puncak antara CoFe_2O_4 dan Fe_2O_3 sangat berdekatan). Secara keseluruhan kualitas kristal sampel yang dihasilkan belum memiliki

kualitas yang baik, karena intensitas puncaknya masih relatif kecil ditambah dengan munculnya fase selain CoFe_2O_4 . Hal ini kemungkinan disebabkan adanya reaksi yang belum sempurna pada proses sol gel sebagaimana dihasilkan pada sampel serbuk/target. Kualitas kristal ini juga akan menyebabkan karakteristik magnetik yang belum optimal.



Gambar 7. Pola XRD lapisan tipis CoFe_2O_4 dengan variasi % Co^{3+} .

Hasil pengukuran Vibrating Sampel Magnetometre (VSM) sampel lapisan tipis setelah sintering pada suhu 900°C selama 6 jam ditunjukkan pada Gambar 8 dengan perbandingan persentasi mol (a). 33% Co dan 67% Fe, (b). 40% Co dan 60% Fe, dan (c). 50%Co dan 50% Fe. Warna hitam menyatakan karakteristik magnetisasi pada medan aplikasi (\vec{H}) sejajar permukaan lapisan tipis, sedangkan warna merah menyatakan karakteristik magnetisasi pada medan aplikasi (\vec{H}) tegak lurus permukaan lapisan tipis. Dari hasil pengukuran tersebut dapat dinyatakan bahwa penambahan komposisi Co^{2+} akan menyebabkan *easy-axis* tidak terorientasi pada arah tertentu. Pada sampel (a) terlihat jelas perbedaan magnetisasi terhadap medan aplikasi yang searah bidang dan regak lurus bidang, yang mengindikasikan bahwa *easy-axis*nya adalah tegak lurus bidang, kemudian pada gambar (b) perbedaan proses magnetisasi dengan medan aplikasi sejajar maupun tegak lurus bidang mulai berkurang, dan akhirnya pada sampel (c) *easy-axis* nya relatif berimpit. Dengan demikian penambahan persentasi mol Co^{2+} mampu meningkatkan karakteristik *easy-axis* magnetisasi lapisan tipis.

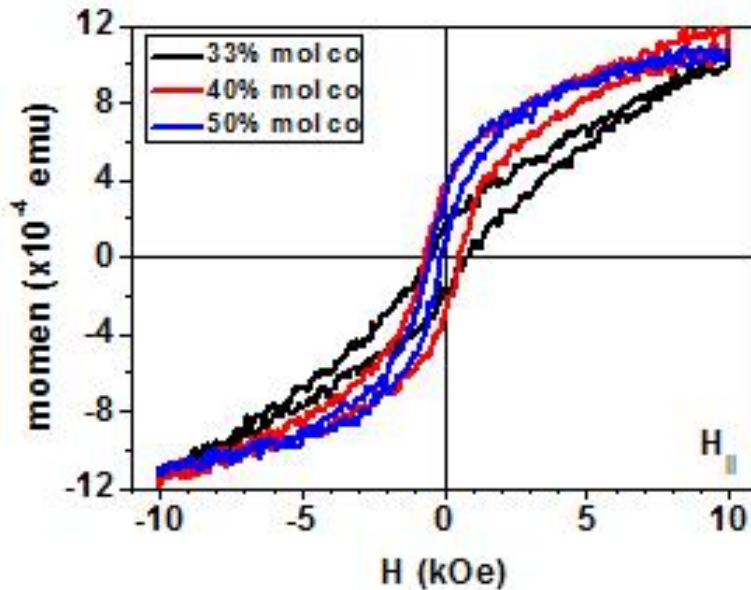


Gambar 8. Grafik VSM lapisan tipis CoFe_2O_4 pada $\vec{H} \parallel \vec{H}$ sejajar bidang sampel (warna hitam) dan $\vec{H} \perp$ tegak lurus bidang sampel (warna merah) dengan perbandingan persen mol (a) 33% Co^{2+} dan 67% Fe^{3+} , (b) 40% Co^{2+} dan 60% Fe^{3+} , dan (c) 50% Co^{2+} dan 50% Fe^{3+} .

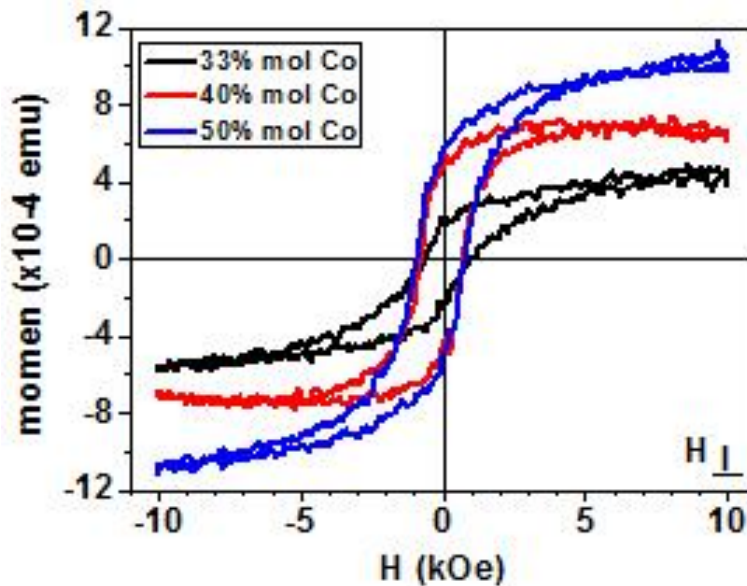
Gambar 9 menunjukkan kurva magnetisasi ketiga lapisan tipis dengan medan aplikasi sejajar bidang. Dari gambar di atas diperlihatkan bahwa semakin besar komposisi ion Co^{2+} akan menyebabkan saturasi magnetisasi yang semakin bagus. Hal ini mengindikasikan bahwa komposisi ion Co^{2+} dalam struktur tetrahedral memberikan kontribusi momen dipol yang efektif.

Gambar 10 menunjukkan karakteristik momen dipol lapisan tipis CoFe_2O_4 dalam aplikasi medan yang tegak lurus bidang. Kurva hysteresis loop semakin bagus terhadap penambahan ion Co yang terlihat melalui peningkatan magnetik remanennya. Hal ini berbeda dibandingkan dengan kurva hysteresis loop dalam aplikasi medan magnet tegak lurus bidang seperti yang ditunjukkan pada Gambar 9. Dalam aplikasi medan magnet tegak lurus bidang, kurva hysteresis loopnya nampak terlihat dengan

bagus disertai dengan peningkatan nilai saturasi magnetik walaupun nilai momen remanennya relatif sama.



Gambar 9. Grafik VSM lapisan tipis CoFe_2O_4 dengan variasi % mol Co^{2+} (H sejajar bidang).



Gambar 10. Grafik VSM lapisan tipis CoFe_2O_4 dengan variasi % mol Co^{2+} (H tegak lurus bidang).

Nilai momen remanen dan medan koercive lapisan tipis CoFe_2O_4 terhadap persentase mol ion logam Co dan Fe ditunjukkan pada Tabel 2. Dari Tabel 2 terlihat bahwa nilai momen remanen dan medan koercive meningkat terhadap penambahan ion logam Co dan Fe.

Tabel 2. Nilai parameter magnetik lapisan CoFe₂O₄/SiO₂, dengan aplikasi medan magnet, **H** tegak lurus bidang sampel.

No	% mol Co	% mol Fe	$m_r (\times 10^{-4} \text{emu})$	$H_c \text{ (Oe)}$
1	33	67	1,8261	426,4630
2	40	60	3,5997	542,5000
3	50	50	3,8984	651,0640

BAB V SIMPULAN DAN SARAN

Telah berhasil dipreparasi kristal bahan magnet CoFe₂O₄ dengan karakteristik dengan karakteristik magnetik $M_r = 5,3277 \text{ emu/gr}$, $H_c = 0,1388 \text{ kOe} = 138,8 \text{ Oe}$, $Br = 65,3859 \text{ kOe}$, $BH_{maks} = 2,2804 \text{ MGOe}$. Lapisan tipis dengan komposisi mol % Co²⁺ menunjukkan easy axes lapisan ferrite terorientasi secara random. Untuk memperbaiki karakteristik magnetik lapisan ferrite akan dilakukan sintesis sampel dengan menggunakan silika matriks.

Untuk meningkatkan kualitas karakteristik kristal dan magnetik bahan CoFe₂O₄ maka pada tahapan berikutnya akan dilakukan proses eksperimen sebagai berikut:

1. Menggunakan DI-Water sebagai pelarut polar sebelum pelarut methoxyethanol. Hal ini dilakukan untuk mempercepat pelarutan bahan prekursor bahan organik Co(CH₃COO₂)₂.4H₂O dan Fe(CH₃COO₂)₂.9H₂O,
2. Menggunakan larutan diethanolamine dengan cara meneteskannya sedikit demi sedikit sampai pH larutan kira-kira 9,5. Hal ini dilakukan dengan pertimbangan bahwa sintesis bahan dengan metode sol gel sangat dipengaruhi oleh pH larutan,
3. Menggunakan silika matriks agar kristal bahan magnet CoFe₂O₄ setelah mengalami proses pemanasan tidak mengalami koagulasi (membentuk kristal yang besar), namun ukuran kristalnya berada dalam orde 10an nano meter dengan kualitas yang baik (single domain).

DAFTAR PUSTAKA

1. Jae-Gwang Lee, Jae Yun Park, Young-Jei Oh, Chul Sung Kim, *Journal of Applied Physics*, 84 (5), 2801-2805, 1998
2. M. Williams and L. Comstock, in *AZP Conference Proceedings* (AIP, Woodbury, NY, 1971), Vol. 5, 738-742, 1971
3. G. Ennas, A. Mei, A. Musinu, G. Piccaluca, G. Pinna and S. Solinas, *Journal. of Non Cryst. Solids*, 587, 232-234, 1998
4. L. Armelao, G. Granozzi, E. Todello, P. Colombo, G. Principi, P.P. Lottici, dan G. Antonioli. *J. of Non-Cryst. Solids*, 435, 192-193, 1995
5. L. Zhang, G.C. Papaefthymiou, R.F. Ziolo, dan J.Y. Ying, *Nanostructure Materials*, **9**, 185, 1997
6. C. Yan, F. Cheng, C. Liao, J. Kuang, Z. Xu, L. Chen, H. Zhao, Z. Liu, Y. Wang, T. Zhu dan G. He, *J. Magn. Magn. Mater.* **192**, 396, 1999
7. C. J. Brinker (Ed), *The Physics and Chemistry of Sol Gel Processing*, Academic Press, San Diego, 1990
8. N.D.S. Mohallem, L.M. Seara, *App. Surf. Sci.* **214**, 143, 2003
9. C.J. Brinker (Ed), *The Physics and Chemistry of Sol-Gel Processing*, Academic Press, San Diego, 1990
10. S.S. Vidyawathi, R. Amaresh dan L.N. Satapathy, *Bull. Mater. Sci.*, 25 (6), 569–572, 2002
11. Yingjian Chen, Maithri Rao, David E. Laughlin, dan Mark H. Kryder, *IEEE Transactions On Magnetism*, 34 (4), 1648-1650, 1998
12. V.K. Sankaranarayanan, R.P. Pant, A.C. Rastogi, *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 220, 72-78, 2000
13. E.S. Murdoch, R.F. Simmons, R. Davidson, *IEEE Trans. Magn.* 28, 3072, 1992
14. Gignoux D. & Schlenker M., *Magnetism, Materials and Applications*, Springer, 2005
15. Edward P Purlani, *Permanent Magnet and Electromechanical Devices*, Academic Press, 2001
16. Cullity, B.D., *Introduction To Magnetic Materilas*, Addison-Wesley Publishing Company, Inc)., 1972
17. T. Kodama, Y. Kitayama, M.Tsuji dan Y. Tamaura, *J. Appl. Phys.* **71**, 5926, 1992
18. S.A. Chamber, R.F.C. Farrow, S. Maat, M.F. Toney, L. Folks, J.G. Catalano, T.P. Trainor, dan G.E. Brown, *J. Mgn. Mgn. Mater.* **246**, 124, 2001
19. R.K.Kotnala, *Bull, Mater. Sci.*, 15 (2), 149-152, 1992
20. Adam J D, Davis L E, Dionne G F, Schloemann E F and Stitzer S N, *IEEE Trans. Microw. Theory Tech.* 50, 721, 2002
21. Zihui Wang, Young-Yeal Song, Yiyang Sun, Joshua Bevivino, Mingzhong Wu, V. Veerakumar, Timothy J. Fal, dan Robert E. Camley, *Applied Physics Letters*, **97**, 072509(1 -3), 2010
22. R.N. Simons, *Coplanar Waveguide Circuits, Components, and Systems*, John Wiley & Sons, New York, NY, 2001
23. K. Chang, *Encyclopedia of RF and Microwave Engineering*, John Wiley & Sons, Hoboken, NJ, 2005
24. K.C. Gupta, *Microstrip Lines and Slotlines*, 2nd ed., Artech House, Norwood, MA, 1996
25. X.X. Zhang, J.M. Hernandez dan J. Tejada, *Physical Review B*, 54, 6, 1996
26. N. Chand Pramanik, tatsuo Fujii, Makoto Nakanishi dan Jun Takada, *Journal of Materials Science*, 40, 2005.