



LAPORAN AKHIR

PENELITIAN UNGGULAN PERGURUAN TINGGI PROGRAM HIBAH DESENTRALISASI TAHUN ANGGARAN 2013



JUDUL

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

Tahun ke II dari rencana 2 tahun

Ketua Peneliti

Dr. Togar Saragi, MSi (NIDN 0026086803)

Anggota Peneliti

Drs. Norman Syakir, MS, MSc (NIDN 0018065907)

Dibiayai oleh :

Dana DIPA UNPAD

Sesuai dengan Surat Keputusan Rektor Universitas Padjadjaran

Nomor : 7632/UN6.RKT/KU/2013

Tanggal : 1 FEBRUARI 2013

**UNIVERSITAS PADJADJARAN
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
NOVEMBER 2013**

HALAMAN PENGESAHAN

Judul : Preparasi Film Tipis Nano Magnetik dengan Metode Sol Gel dan Karakterisasinya untuk Aplikasi Media Perakam Berkapasitas Tinggi.

Peneliti Pelaksana

Ketua Peneliti

Nama lengkap : Dr. Togar Saragi, M.Si

NIDN : 0026086803

Jabatan fungsional : Lektor

Program Studi : Fisika

Nomor HP : 0813-2059-2681

Alamat surel (e-mail) : t.saragi@phys.unpad.ac.id

Anggota (1)

Nama lengkap : Drs. Norman Syakir, MS, MSc

NIDN : 0018065907

Perguruan Tinggi : Universitas Padjadjaran

Anggota (2)

Nama lengkap : -

NIDN : -

Perguruan Tinggi : -

Institusi Mitra : -

Alamat : -

Penanggung Jawab : -

Tahun Pelaksanaan : Tahun ke-2, dari 2 (dua) tahun

Biaya Tahun Berjalan : 59.250.000,-

Biaya Keseluruhan : 98.000.000,-

Jatinangor, 21 November 2013

Mengetahui,

Dekan,



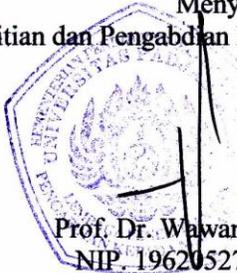
Prof. Dr. Budi Nurani, MS
NIP. 19631223 198803 2 001

Ketua

Dr. Togar Saragi, MSi
NIP. 19680826 199603 1 001

Menyetujui

Ketua Lembaga Penelitian dan Pengabdian Kepada Masyarakat Universitas Padjadjaran



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

RINGKASAN

Penelitian tahun II ini, secara keseluruhan dilakukan dalam 4 tahapan, yaitu: (pertama) dimulai dengan optimasi pH larutan sebagai lanjutan dari Tahun I untuk meningkatkan karakteristik kristal dan magnetik sampel CoFe_2O_4 yang dihasilkan, (kedua) optimasi komposisi persen mol ionik logam $\text{Co}^{2+}:\text{Fe}^{3+}$ masing-masing sebesar 33%:67%, 40%:60% dan 50%:50%, (ketiga) adalah preparasi lapisan tipis tanpa dan dengan kontrol pH larutan, dan (empat) adalah proses destilasi TEOS dan preparasi sampel $\text{CoFe}_2\text{O}_4(\text{TEOS})$ dalam bentuk lapisan tipis dan serbuk. Dari hasil optimasi tahapan pertama dan kedua diperoleh bahwa karakteristik kristal dan magnetik meningkat terhadap kontrol pH larutan ($=9,5$) dengan ukuran kristal pada puncak (311) sebesar 184 nm. Puncak-puncak kristal semakin meningkat dan konsisten dengan JCPDS CoFe_2O_4 kubik. Karakteristik magnetik seperti $H_c = 0.13592$ kOe dan $M_r = 5.78298$ emu/gr (CFO1 tanpa kontrol pH) meningkat menjadi $H_c = 3.36374$ kOe dan $M_r = 20.31732$ emu/gr (CFO5 dengan kontrol pH=9,5). Namun optimasi persen mol pada kontrol pH larutan sebesar 9,5 diperoleh bahwa parameter kisi, nilai remanen magnetik (m_r) dan medan koersif (H_c) volume unit sel berkurang terhadap penambahan persen mol ionik logam Co dan pengurangan Fe. Dari hasil optimasi ini diperoleh sampel yang paling baik adalah sampel dengan komposisi persen mol ion logam $\text{Co}^{2+}:\text{Fe}^{3+} = 33\%:67\%$ yang dipreparasi pada pH=9,5. Hasil karakterisasi pada tahapan ketiga diperoleh bahwa sampel dengan kontrol pH sebelum disintering sudah menunjukkan adanya puncak, walaupun puncak yang dihasilkan belum konsisten dengan puncak sampel lapisan tipis tanpa kontrol pH (sesudah sintering). Namun dari segi hasil deposisi, terlihat bahwa lapisan tipis yang terbentuk pada substrat SiO_2 sudah menempel dengan baik dibandingkan dengan sampel tanpa kontrol pH. Hasil optimasi ini selanjutnya diterapkan pada preparasi bahan magnetik dengan menggunakan silika sebagai host matriks yaitu dengan menggunakan parameter: komposisi persen mol ion logam $\text{Co}^{2+}:\text{Fe}^{3+} = 33\%:67\%$ dan pH=9,5 (sampel CFO5(TEOS)). Namun sebagai perbandingan juga dilakukan variasi komposisi persen mol ion logam $\text{Co}^{2+}:\text{Fe}^{3+} = 33\%:67\%$ dan pH=9,5 (sampel CFO7(TEOS)). Dalam tahap keempat dihasilkan dua sampel yaitu CFO5(TEOS) dan CFO7(TEOS). Dari hasil pengukuran XRD diperoleh bahwa kedua sampel sudah menunjukkan kualitas kristal yang baik dengan puncak-puncak konsisten dengan CoFe_2O_4 referensi. Dari hasil pengukuran VSM diperoleh karakteristik magnetik yang lebih baik dibandingkan dengan tanpa TEOS. Setelah dilakukan variasi komposisi ion logam pada sampel CFO5(TEOS) dan CFO7(TEOS) diperoleh karakteristik magnetik yang menurun seiring dengan bertambahnya komposisi ion logam Fe^{3+} , sebagaimana juga dihasilkan dalam sampel tanpa TEOS. Hasil dari penelitian ini telah menghasilkan dua skripsi mahasiswa, satu seminar nasional, satu seminar Internasional, satu paper dalam proses review di jurnal nasional serta satu paper yang telah dipublikasi pada *Jurnal International AIP Proceedings, Vol. 1554, halaman 123 - 125, Tahun 2013*. Selain itu hasil penelitian tahun II ini akan digunakan untuk tugas akhir kepada tiga mahasiswa yang sejak awal pekerjaan program tahun II ini sudah ikut dalam kegiatan penelitian.

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

PRAKATA

Puji dan syukur penulis panjatkan kehadiran Tuhan Yang Maha Esa atas rahmat dan karuniaNya hingga penulis dapat melakukan Penelitian Unggulan Perguruan Tinggi (PUPT) Tahun II ini. Dalam keterbatasan dana dan peralatan kami terus berusaha agar penelitian ini dapat mencapai target. Hasil penelitian sampai dengan Laporan Akhir ini telah menghasilkan dua draft paper. Paper yang pertama di-Submit ke Jurnal Material dan Energi Indonesia (JMEI) Fisika Unpad, dan paper yang kedua telah dipresentasikan pada Padjadjaran International Physics Symposium (PIPS) pada tanggal 7 – 8 Mei 2013 di Bale Sawala Universitas Padjadjaran Kampus Jatinangor. Paper kedua yang telah dipresentasikan pada Padjadjaran International Physics Symposium (PIPS) pada tanggal 7 – 8 Mei 2013 telah terbit pada publikasi Jurnal International **AIP Proceedings, Vol. 1554, halaman 123 - 125, Tahun 2013.**

Penulis juga mengucapkan terimakasih kepada DIKTI, 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, 21 November 2013

a.n Peneliti



(Dr. Togar Saragi, MSi)
NIP. 19680826 199603 1 001

DAFTAR ISI

	hal
Halaman Sampul	1
Halaman Pengesahan	2
Ringkasan	3
Prakata	4
Daftar Isi	5
Daftar Tabel	6
Daftar Gambar	7
Daftar Lampiran	8
BAB 1 PENDAHULUAN	9
1.1 Latar Belakang	9
1.2 Permasalahan	10
1.3 Lokasi dan Objek Penelitian	10
BAB 2 TINJAUAN PUSTAKA	11
2.1 Kajian Pustaka	11
2.2 Kerangka Pemikiran	12
2.3 Hipotesis	12
BAB 3 TUJUAN DAN MANFAAT PENELITIAN	13
BAB 4 METODE PENELITIAN	14
3.1 Bahan dan Peralatan	14
3.2 Desain Penelitian dan Tahapan Penelitian	16
3.3 Analisa Data	20
BAB 5 HASIL YANG DICAPAI	21
BAB 6 KESIMPULAN DAN SARAN	30
DAFTAR PUSTAKA	31
LAMPIRAN	32

DAFTAR TABEL

	hal
Tabel 1 Hasil perhitungan ukuran kristal sampel CFO5 dengan kontrol pH=9,5	22
Tabel 2 Parameter Kisi dan volume unit sel sampel CFO5, CFO6 dan CFO7	24
Tabel 3 Magnetisasi remanen (mr) dan medan koersif (Hc) of sample CFO1, CFO5, CFO5, CFO6 and CFO7	25

DAFTAR GAMBAR/ILUSTRASI

		hal
Gambar 1	Diagram alir tahapan eksperimen. (Katalis diethanolamine diteteskan secara perlahan hingga diperoleh pH larutan mendekati 10)	16
Gambar 2	Proses kalsinasi dan sintering bahan magnet CoFe_2O_4	19
Gambar 3	Grafik hasil XRD bahan CFO2 dengan kontrol pH (setelah kalsinasi dan setelah sintering), dan tanpa kontrol pH (CFO1)	21
Gambar 4	Kurva M-H loop (histeresis loop) sampel CoFe_2O_4 tanpa dan dengan kontrol pH larutan (=9,5)	22
Gambar 5	Kurva XRD sampel tanpa dan dengan kontrol pH serta efek persen mol ionik logam Co dan Fe	23
Gambar 6	Kurva MH Loop sampel CFO1 (tanpa kontrol pH) dan CFO5 (33% Co, =9.5), CFO6 (40% Co, pH=9.5), dan CFO7 (50% Co, pH=9.5)	24
Gambar 7	Kurva MH Loop dan BH Loop sampel CFO5 (33% Co, pH=9.5)	25
Gambar 8	Grafik XRD lapisan tipis CoFe_2O_4 . Warna hitam adalah sampel tanpa kontrol pH setelah sintering dan warna merah adalah sampel dengan kontrol pH sebelum sintering	26
Gambar 9	Grafik XRD lapisan tipis $\text{CoFe}_2\text{O}_4/\text{TEOS}$ dengan dengan komposisi ion logam 33% Co dan 67% Fe, pH 9.5. Warna hitam (bawah) adalah sampel CFO5/TEOS di atas substrat SiO_2 , sedangkan warna merah warna merah (atas) adalah CFO5/TEOS di atas substrat Quartz.	26
Gambar 10	Grafik XRD serbuk CFO5/TEOS (a) dan CFO7/TEOS (b) setelah sintering 900°C x 6 jam	27
Gambar 11	Kurva hysteresis loop sampel bahan magnet CoFe_2O_4 , dengan komposisi $\text{Co}^{2+}:\text{Fe}^{3+} = 33\%:67\%$ didispersikan dalam TEOS (warna Hitam) dan tanpa didispersikan dalam TEOS (warna merah)	28
Gambar 12	Kurva hysteresis loop sampel bahan magnet CoFe_2O_4 , dengan komposisi $\text{Co}^{2+}:\text{Fe}^{3+} = 50\%:50\%$ didispersikan dalam TEOS (warna Hitam) dan tanpa didispersikan dalam TEOS (warna merah)	29
Gambar 13	Kurva hysteresis loop sampel bahan magnet CoFe_2O_4 yang didispersikan dalam TEOS. Warna Hitam (atas): komposisi $\text{Co}^{2+}:\text{Fe}^{3+} = 33\%:67\%$ (CFO5/TEOS) dan warna merah (Bawah) adalah komposisi $\text{Co}^{2+}:\text{Fe}^{3+} = 50\%:50\%$ (CFO7/TEOS)	29

DAFTAR LAMPIRAN

1. Daftar Mahasiswa yang sudah menyelesaikan Tugas Akhir:
 - a. Nama Mahasiswa: Thompson Nainggolan (NPM: 140310080064). Judul Skripsi: Pembuatan Bahan Magnet CoFe_2O_4 dengan Metode Sol-Gel dan Karakteristik Magnetiknya. Pembimbing Utama: Dr. Togar Saragi, MSi, dan pembimbing Pendamping: Dr. Risdiana, M. Eng. Mahasiswa tersebut telah menjalani Sidang Skripsi dan dinyatakan LULUS dengan Predikat Sangat Memuaskan pada Senin 22 juli 2013.
 - b. Nama Mahasiswa: Cristian (NPM: 140310080043). 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. Mahasiswa tersebut telah menjalani Sidang Skripsi dan dinyatakan LULUS dengan Predikat Sangat Memuaskan pada Senin 22 juli 2013.
2. Daftar Mahasiswa yang sedang melakukan penelitian untuk digunakan sebagai bahan Skripsi (Tugas Akhir):
 - a. Muhammad Jahid Akbar H (14031010006),
 - b. Siti Nurmilati (14031010052), dan
 - c. Ricca Novia (14031010081).
3. Daftar Draft Paper Publikasi:
 - a. **T. Saragi**, T.H. Nainggolan, C. Alboin Dan N. Syakir. Study Awal Preparasi Film Tipis Bahan Magnet Cofe_2O_4 Dengan Metode Sol Gel Dan Karakterisasinya. Draft Paper ini di Submit ke Jurnal Material dan Energi Indonesia (JMEI) Fisika Unpad dan sedang menjalani proses reviewer.
 - b. **T. Saragi**, N. Syakir, T. H. Nainggolan, C. Alboin, Risdiana. The Effect of pH of Methaoxyethanol Solution to Structure and Magnetic Properties of CoFe_2O_4 . Telah di Presentasikan pada Padjadjaran Internasional Physics Symposium pada tanggal 7-8 Mei 2013 di Bale Sawal Unpad. Paper ini telah dipublikasi pada Jurnal International di **AIP Proceedings, Vol. 1554, halaman 123 - 125, Tahun 2013.**

BAB 1 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, texture, 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 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 $\text{Co}(\text{CH}_3\text{COO}_2)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ dan $\text{Fe}(\text{CH}_3\text{COO}_2)_2 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$, 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 $\text{Co}(\text{CH}_3\text{COO}_2)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ dan $\text{Fe}(\text{CH}_3\text{COO}_2)_2 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ yang didispersikan dalam silikon matriks 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 2. 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 ($K_1 = +2 \times 10^6 \text{ erg/cm}^3$), 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 $10^9 - 10^{13} \text{ s}^{-1}$, 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): pH larutan, Konsentrasi ion-ion logam, Suhu preparasi, Viskositas larutan prekursor, dan 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.

Ukuran kristal yang dihasilkan dianalisa berdasarkan hasil pengukuran XRD dengan menggunakan persamaan Scherrer berikut:

$$D = \frac{K\lambda}{\beta \cos \theta} \quad (2)$$

Energi anisotropi magnetik $(BH)_{\max}$ suatu bahan dapat dihitung melalui beberapa cara dan salah satunya adalah dengan menggunakan data pada kurva histeresis. Melalui kurva demagnetisasi histeresis induksi dapat diketahui nilai remanen magnetik dan medan koersif ekstrinsik suatu bahan dan kemudian nilai parameter-parameter fisis tersebut dapat digunakan untuk mendapatkan nilai energi anisotropi magnetik bahan. Jika nilai induksi remanen magnetik (B_r) dan nilai medan koersif ekstrinsik bahan diketahui, maka nilai energi anisotropi magnetik dapat dihitung menggunakan persamaan (3) berikut:

$$B = 4\pi M + H \quad (3)$$

Parameter M adalah nilai magnetisasi bahan dan π merupakan konstanta pembanding satuan yang nilainya sebesar 3.14. Nilai $(BH)_{\max}$ diperoleh dari perkalian antara B dan H yang menghasilkan nilai maksimum.

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:

- dengan mengontrol pH larutan, akan dihasilkan sol gel yang bagus
- senyawa CoFe_2O_4 akan terbentuk dalam setiap persen mol ion Co dan ion Fe
- kualitas magnet dapat ditingkatkan dalam silikon matriks (bahan akan terenkapsulasi sehingga tidak mengalami koagulasi ketika proses sintering)
- 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 3. TUJUAN DAN MANFAAT PENELITIAN

Tujuan dari penelitian ini adalah:

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

Sedangkan manfaat 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 atau Internasional.
- d. Menghasilkan skripsi mahasiswa S1 Prodi Fisika FMIPA Unpad. Sampai dengan Tahap ini, telah dihasilkan 2 (dua) buah skripsi dengan rincian sebagai berikut:
 1. Nama Mahasiswa: Thompson Nainggolan (NPM: NPM: 140310080064). Judul Skripsi: Pembuatan Bahan Magnet CoFe_2O_4 dengan Metode Sol-Gel dan Karakteristik Magnetiknya. Pembimbing Utama: Dr. Togar Saragi, MSi, dan pembimbing Pendamping: Dr. Risdiana, M. Eng. Mahasiswa tersebut telah menjalani Sidang Skripsi dan dinyatakan LULUS dengan Predikat Sangat Memuaskan pada Senin 22 juli 2013.
 2. Nama Mahasiswa: Cristian (NPM: NPM: 140310080043). 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. Mahasiswa tersebut telah menjalani Sidang Skripsi dan dinyatakan LULUS dengan Predikat Sangat Memuaskan pada Senin 22 juli 2013.
 3. Yang sedang berjalan melakukan penelitian untuk digunakan sebagai bahan Skripsi (Tugas Akhir) ada 3 mahasiswa, dengan data: (1)Muhammad Jahid Akbar H (14031010006), Ricca Novia (14031010081) dan Siti Nurmilati (14031010052).

BAB 4. METODE PENELITIAN

Eksperimen awal pada Tahun II ini dilakukan optimasi dalam 4 bagian, yaitu: (pertama) dimulai dengan optimasi pH larutan sebagai lanjutan dari Tahun I untuk meningkatkan karakteristik kristal dan magnetik sampel CoFe_2O_4 yang dihasilkan, (kedua) optimasi komposisi persen mol ionik logam $\text{Co}^{2+}:\text{Fe}^{3+}$ masing-masing sebesar 33%:67%, 40%:60% dan 50%:50%, (ketiga) adalah preparasi lapisan tipis tanpa dan dengan kontrol pH larutan, dan (empat) adalah proses destilasi TEOS dan preparasi sampel bahan magnet CoFe_2O_4 . Optimasi ini dilakukan bertujuan untuk diaplikasikan pada eksperimen tahun II yang menggunakan silika matriks sebagai host bahan magnetik yang akan dipreparasi. Bahan-bahan yang digunakan masih sama dengan bahan yang digunakan pada tahun I. Kontrol pH larutan dilakukan dengan cara meneteskan katalis diethanolamine secara perlahan sampai diperoleh pH larutan berkisar sampai dengan 10. Berikut bahan-bahan yang digunakan:

4.1 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)

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

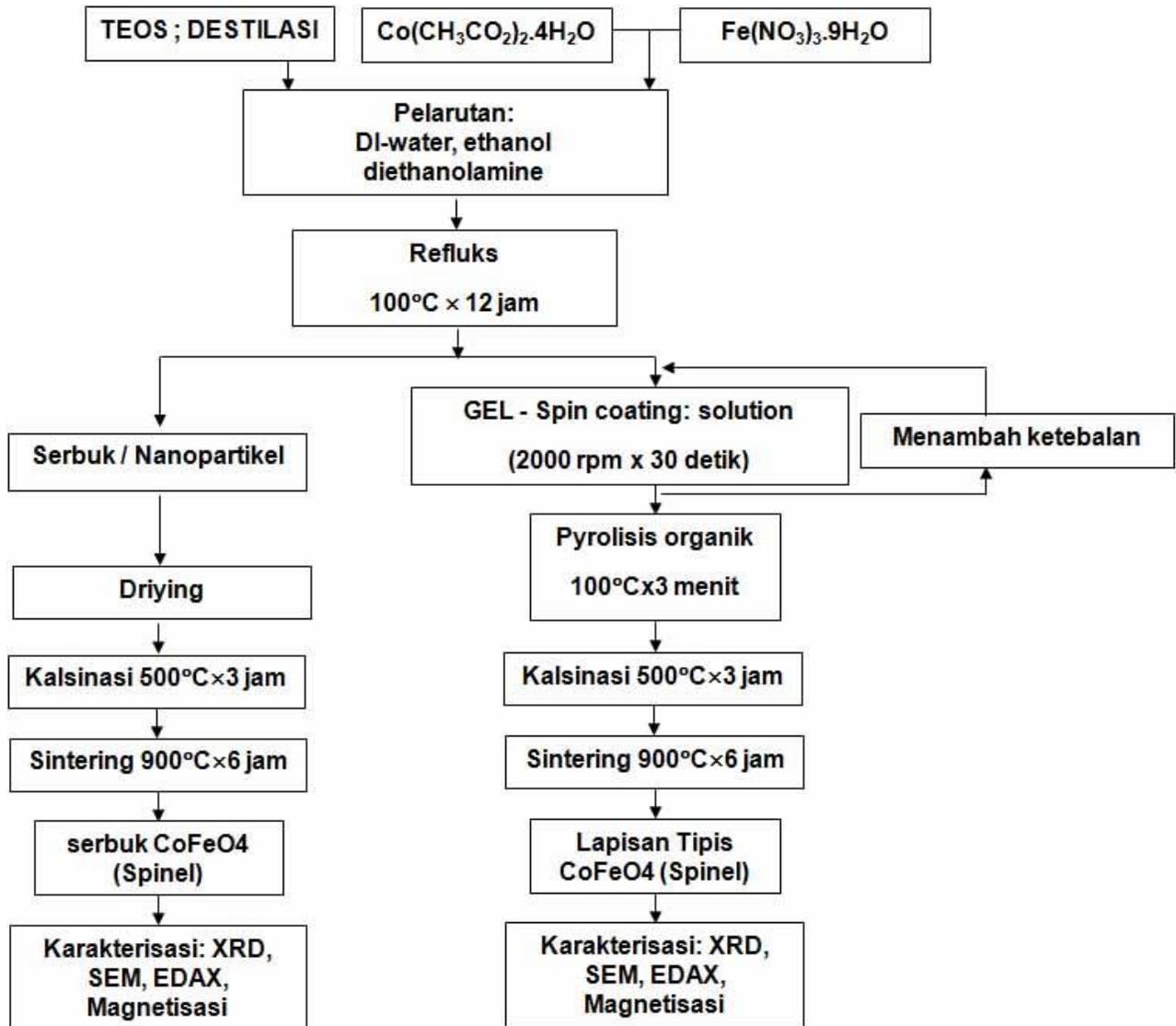
Sinonims: Ferric nitrate nonahydrate. Formula: $\text{FeN}_3\text{O}_9 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$, Molecular Weight: 404,00 gmol. Product Number: 216828 (Sigma Alcridh).

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	Batan Bandung, Tohoku University Jepang	Karakterisasi film tipis	baik
9.	SEM	PPPGL	Karakterisasi permukaan dan ketebalan	baik
10.	VSM	Batan Serpong	Karakterisasi MH dan MT	baik

4.2 Disain Penelitian dan Tahapan Penelitian

Untuk mengoptimasi karakteristik kristal dan magnetik melalui kontrol pH larutan, maka tahapan eksperimen seperti diagram alir seperti pada Gambar 1 berikut:



Gambar 1. Diagram alir tahapan eksperimen. (Katalis diethanolamine ditetaskan secara perlahan hingga diperoleh pH larutan mendekati 10)

Komposisi ion logam Co^{2+} dan ion logam Fe^{3+} ditetapkan dengan perbandingan persentasi mol $\text{Co}^{2+}:\text{Fe}^{3+} = 33\%:67\%$, $40\%:60\%$ dan $50\%:50\%$. Perhitungan masing-masing ion logam dan massa prekursor yang ditimbang sama dengan yang telah dilakukan sebelumnya [27]. Langkah-langkah perhitungan bahan prekursor dan TEOS adalah sebagai berikut:

1. Volume larutan (Methoxyethanol + DI Water) adalah 60 ml (= 0,06 L)

2. Mol total ditetapkan sebesar (n_{Total}) 0,015 mol)

$$3. M_{\text{Total}} = \frac{n_T}{V_T} = \frac{0,015 \text{ mol}}{0,06 \text{ L}} = 0,25 \frac{\text{mol}}{\text{L}} = 0,25 \text{ molar}$$

4. Dari perbandingan stokiometri

$$\text{CoFe}_2\text{O}_4 \rightarrow \text{Co} = \frac{1}{3} \times 100\% = 33\%$$

$$\text{Fe} = \frac{2}{3} \times 100\% = 67\%$$

5. Menentukan mol setiap prekursor:

$$\% \text{mol}_A = \frac{M_A}{M_T} \times 100\%$$

$$\text{Co} = 33\% \rightarrow 33\% = \frac{M_{\text{Co}}}{0,25} \times 100\%$$

$$100 M_{\text{Co}} = 33 (0,25) \rightarrow M_{\text{Co}} = \frac{8,25}{100} = 0,0825 \text{ molar}$$

$$\text{Mol Co} = n_{\text{Co}} = M_{\text{Co}} \times V_T = 0,0825 \text{ M} \times 0,06 \text{ L} = 0,00495 \text{ mol}$$

$$\text{Fe} = 67\% \rightarrow 67\% = \frac{M_{\text{Fe}}}{M_T} \times 100\%$$

$$M_{\text{Fe}} = \frac{67 (0,25)}{100} = 0,1675 \text{ molar}$$

$$n_{\text{Fe}} = M_{\text{Fe}} \times V = 0,1675 \times 0,06 \text{ L} = 0,01005 \text{ mol}$$

$$n_{\text{Tot}} = n_{\text{Co}} + n_{\text{Fe}} = 0,00495 + 0,01005 = 0,015 \text{ mol}$$

6. Menentukan gram setiap prekursor untuk ditimbang

$$\text{gr Co} = \text{mol Co} \times \text{MR Co} (\text{CH}_3\text{COOH})_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O} = 1,39095 \text{ gr}$$

$$\text{gr Fe} = 0,01005 \times 293 = 2,94465 \text{ gr}$$

$$\text{Total} = 4,3356 \text{ gr}$$

$$\text{Co} = 1,3910 \quad \text{Fe} = 2,9446$$

7. Variasi mol %

$$\text{Co} = 40\% ; \text{Fe} = 60\%$$

$$\text{Co} \rightarrow 40\% = \frac{M_{\text{Co}}}{0,25} \times 100\% \rightarrow M_{\text{Co}} = \frac{10}{100} = 0,1 \text{ M}$$

$$n_{\text{Co}} = M_{\text{Co}} \times V_T = 0,1 \text{ M} \times 0,060 \text{ L} = 0,06 \text{ mol}$$

$$\text{Fe} \rightarrow 60\% = \frac{M_{\text{Fe}}}{0,25} \times 100\% \rightarrow M_{\text{Co}} = \frac{15}{100} = 0,15 \text{ M}$$

$$n_{\text{Co}} = M_{\text{Co}} \times V_T = 0,15 \times 0,060 \text{ L} = 0,009 \text{ mol}$$

$$n_{\text{total}} = 0,015 \text{ mol}$$

$$\text{gr Co} = 0,006 \times 281 = 1,6860 \text{ gr}$$

$$\text{gr Fe} = 0,009 \times 293 = 2,6370 \text{ gr}$$

$$\text{Total} = 4,3230 \text{ gr}$$

$$\text{Co} = 50\% , \text{Fe} = 50\%$$

$$\text{Co} = \text{Fe} \rightarrow 50\% = \frac{M}{0,25} \times 100\% \rightarrow M = \frac{12,5}{100} = 0,125 \text{ molar}$$

$$n = M \times V = 0,125 \times 0,060 = 0,0075$$

$$\text{gr Co} = 0,0075 \times 281 = 2,1075 \text{ gr}$$

$$\text{gr Fe} = 0,0075 \times 293 = 2,1975 \text{ gr}$$

$$\text{total} = 4,3050 \text{ gr}$$

$$V_{\text{Total}} = 0,06 \text{ liter} = 60 \text{ ml}$$

8. DI Water = 10% x 60 ml = 6 ml

9. Methaoxyethanol (ME) = 90% x 60 ml = 54 ml

10. Perhitungan TEOS. Bahan kimia TEOS tersedia dalam bentuk cairan, sehingga harus dikonversi ke dalam gram (sesuai dengan satuan gram bahan prekursor Co dan Fe).

Perhitungan tersebut dilakukan dengan proses berikut:

Misal : Jumlah gram (Co, Fe) yang ditimbang = a gr, perbandingan TEOS dengan (Co,Fe) adalah TEOS = 30% wt cobalt ferrite.

Misalkan jumlah gram TEOS adalah: TEOS = b gr

Sehingga persentasi TEOS dalam larutan dapat dihitung sebagai:

$$\text{Presentasi Pelarut (Co, Fe) dalam composit (Co, Fe) TEOS} = \frac{a}{a+b} \times 100\%$$

TEOS : 30% wt (Co, Fe)

$$100\% \times \left(\frac{a}{a+b} \right) = 30\%$$

$$\frac{100a}{a+b} = 30$$

$$100a = 30a + 30b$$

$$70a = 30b$$

$$b = \frac{70}{30} a$$

$$M_{\text{Co}} = 33\% \leftarrow \text{misal : (Co, Fe)} = 4,3350 \text{ gr (Co 33\%, Fe 67\%)}$$

$$\text{Maka } b \text{ (TEOS)} = \frac{70}{30} (4,3350) \text{ gr} = 10,1149999$$

$$b \text{ (TEOS)} = 10,1150 \text{ gr}$$

Volume TEOS yang akan dimasukkan ke dalam larutan yang sdh berisi (Co,Fe) adalah massa dibagi dengan densitas TEOS, dimana densitas TEOS adalah 0,933 gr/mol, dengan demikian volume TEOS adalah:

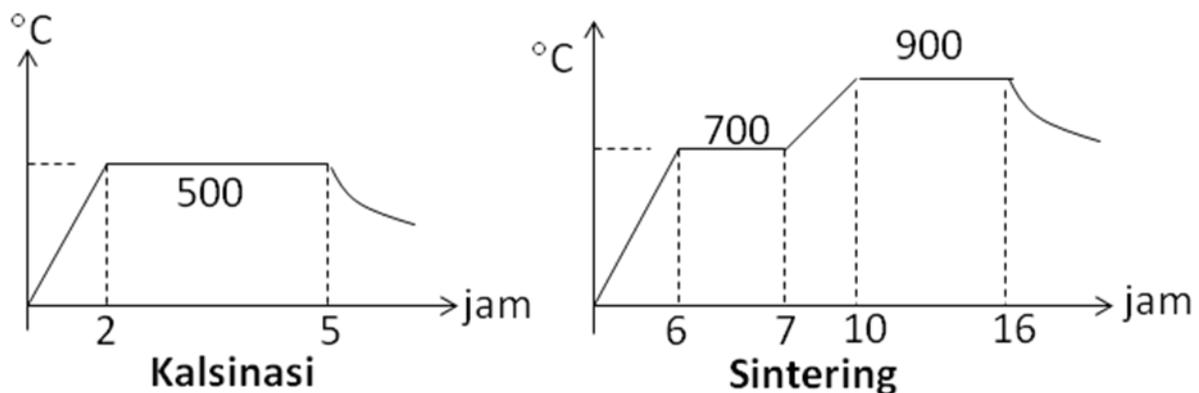
$$V_{\text{TEOS}} = \frac{10,1150 \text{ gr}}{0,933 \text{ gr/mol}} = 10,8414 \text{ ml atau sama dengan 217 tetes (1 ml = 20 tetes).}$$

Selanjutnya dilakukan eksperimen dengan mengikuti tahapan berikut:

1. Menimbang sejumlah gram sesuai dengan komposisi tertentu, dan dimasukkan ke dalam baker gelas yang telah diisi dengan 2-methaoxyethanol sebanyak 50 cc dan diethanolamine 2 cc
2. Memasukkan TEOS sesuai dengan volume yang diinginkan
3. Meletakkan bahan tersebut di atas hot plate dan dipanaskan pada suhu 90°C sambil diputar,
4. Melakukan proses refluks pada suhu 100°C selama 2 jam,
5. Memanaskan larutan pada tahap 3 pada suhu sekitar 100°C sampai diperoleh gel dengan viskositas yang lebih kental.
6. Sebagian bahan pada langkah 4 di atas dikeringkan untuk preparasi serbuk atau bulk dan sebagian lagi dilakukan proses spin coating untuk memperoleh lapisan tipis.
7. Proses destilasi dilakukan pada suhu ~ 200°C.

Proses Preheating (Calsinasi) dan Sintering

Proses pemanasan dilakukan dengan dua tahapan, yaitu: kalsinasi dan sintering seperti ditunjukkan pada Gambar 2 berikut:



Gambar 2. 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 atau quartz. Proses iterasi dilakukan sebanyak 5 kali, kemudian dikalsinasi dan disintering sama seperti Gambar 2.

4.3 Analisa Data

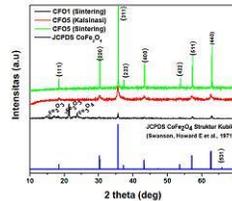
Analisa data dilakukan sesuai dengan pengukuran yang dilakukan, seperti dalam uraian berikut:

- 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 5. HASIL YANG DICAPAI

5.1 Karakterisasi XRD Hasil Optimasi Sampel Serbuk CoFe_2O_4

Hasil pengukuran XRD target CoFe_2O_4 setelah proses sintering tanpa dan dengan kontrol pH larutan 9,5 ditunjukkan pada pada Gambar 4 dan Gambar 5 berikut:



Gambar 3. Grafik hasil XRD bahan CFO2 dengan kontrol pH (setelah kalsinasi dan setelah sintering), dan tanpa kontrol pH (CFO1)

Gambar 3 memperlihatkan dinamika perubahan karakteristik sampel serbuk CoFe_2O_4 tanpa dan dengan kontrol pH larutan. Dari Gambar 3 ditunjukkan bahwa sampel CFO1 (tanpa kontrol pH) setelah mengalami proses sintering masih didominasi oleh Fe_2O_3 dan Fe_3O_4 dan setelah kontrol pH larutan (warna merah dan hijau) sudah menunjukkan terbentuknya puncak-puncak CoFe_2O_4 sekalipun masih dalam tahapan proses kalsinasi pada suhu 500°C . Puncak-puncak tersebut semakin memiliki kualitas yang baik setelah proses sintering 900°C (warna hijau) dengan puncak-puncak yang konsisten dengan JCPDS CoFe_2O_4 kubik. Pengontrolan pH larutan sangat mempengaruhi laju reaksi antara pelarut dan zat terlarut.

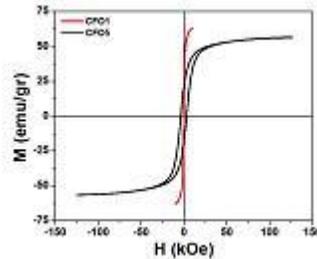
Hasil perhitungan tersebut ditampilkan pada Tabel 1 berikut.

Tabel 1. Hasil perhitungan ukuran kristal sampel CFO5 dengan kontrol pH=9,5.

No	hkl	Theta (θ)	FWHM (rad)	D (nm)
1	111	9.23405	0.001335	105.74
2	220	15.1656	0.001369	118.21
3	311	17.8582	0.001375	184.09
4	222	18.68745	0.001562	89.91
5	400	21.69225	0.001468	98.79
6	422	26.92135	0.001652	388.25
7	511	28.68715	0.001569	96.44
8	440	31.4968	0.001521	91.42

Dari tabel 1 di atas, dapat disimpulkan bahwa ukuran kristal pada puncak (311) adalah 184 nm, dengan rata-rata ukuran kristal berkisar 146.61 nm.

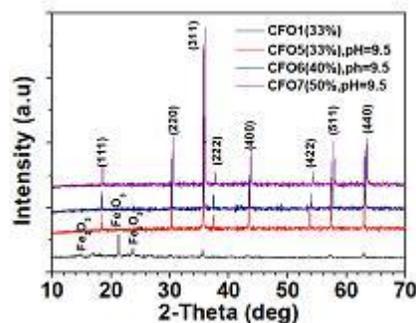
Hasil pengukuran karakteristik magnetik sampel tanpa dan dengan kontrol pH ditunjukkan pada Gambar 4.



Gambar 4. Kurva M-H loop (histeresis loop) sampel CoFe_2O_4 tanpa dan dengan kontrol pH larutan (=9,5)

Dari Gambar 4, diperoleh karakteristik bahwa nilai $H_c = 0.13592$ kOe dan $M_r = 5.78298$ emu/gr (CFO1). Nilai ini meningkat jauh dibandingkan dengan CFO1, yaitu $H_c = 3.36374$ kOe dan $M_r = 20.31732$ emu/gr (CFO5). Hal ini sangat menarik, melihat bagaimana pengaruh kontrol pH pada larutan untuk menghasilkan produk yang maksimum melalui reaksi kimia dalam reaktan, bukan hanya meningkatkan karakteristik kristal, tetapi dapat juga meningkatkan kualitas magnet bahan.

Berdasarkan hasil optimasi di atas yang menunjukkan adanya peningkatan kualitas bahan terhadap pH larutan, selanjutnya dilakukan optimasi penambahan persentase mol ionik logam Co^{2+} dan Fe^{3+} . Komposisi persen mol yang dilakukan adalah Co:Fe adalah masing-masing 33%:67% (CFO5), 40%:60% (CFO6) dan 50%:50% (CFO7). Hasil pengukuran XRD sampel optimasi ini ditunjukkan pada gambar 5.



Gambar 5. Kurva XRD sampel tanpa dan dengan kontrol pH serta efek penambahan persen mol ionik logam Co dan Fe

Dari hasil XRD pada gambar 5 di atas, diperoleh bahwa parameter kisi dan volume unit sel berkurang terhadap penambahan persen mol ionik logam Co dan pengurangan Fe. Hasil

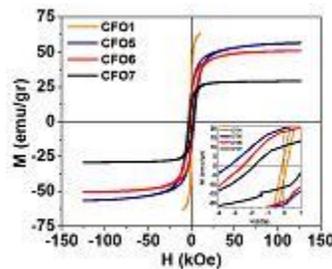
perhitungan volume unit sel ditunjukkan pada Tabel 2. Pengurangan ini diduga adanya substitusi logam Co ke dalam posisi ion Fe. Parameter kisi, volume kristal sampel CFO5, CFO6 dan CFO7 dituliskan dalam Tabel 2 berikut.

Tabel 2. Parameter Kisi dan volume unit sel sampel CFO5, CFO6 dan CFO7

Sample	Lattice Parameter (Å)	Volume (Å) ³
CFO5	7.6665	450.6002
CFO6	7.6380	445.5936
CFO7	7.5985	438.7161

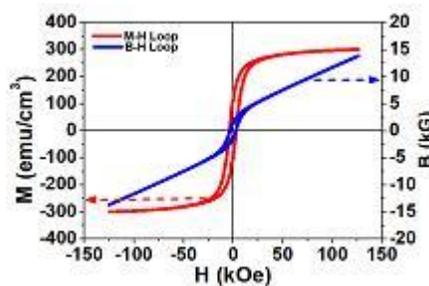
5.2 Karakterisasi Magnetik Sampel CoFe₂O₄ Hasil Optimasi pH Larutan

Karakterisasi magnetik sampel CoFe₂O₄ tanpa dan dengan kontrol pH ditunjukkan pada Gambar 6 berikut.



Gambar 6. Kurva MH Loop sampel CFO1 (tanpa kontrol pH) dan CFO5 (33% Co, pH=9.5), CFO6 (40% Co, pH=9.5), dan CFO7 (50% Co, pH=9.5)

Kurva medan magnetik anisotropi sampel CFO5 ditunjukkan pada Gambar 7 berikut:



Gambar 7. Kurva MH Loop dan BH Loop sampel CFO5 (33% Co, pH=9.5)

Dari hasil pengukuran diperoleh data-data magnetisasi remanen (m_r), medan koersif (H_c) seperti yang ditampilkan pada Tabel 3.

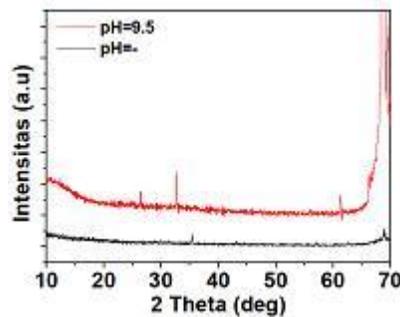
Table 3. Magnetisasi remanen (m_r) dan medan koersif (H_c) of sample CFO1, CFO5, CFO5, CFO6 and CFO7.

Sample	m_r (emu/gr)	H_c (kOe)	Description
CFO1	5.3277	0.1388	Co ²⁺ = 33%, Fe ³⁺ = 67%, pH = -
CFO5	20.3173	3.3637	Co ²⁺ = 33%, Fe ³⁺ = 67%, pH = 9.5
CFO6	18.6634	2.5160	Co ²⁺ = 40%, Fe ³⁺ = 60%, pH = 9.5
CFO7	11.5045	1.8577	Co ²⁺ = 50%, Fe ³⁺ = 50%, pH = 9.5

Hasil eksperimen optimasi pH larutan ini telah dipresentasikan pada Padjadjaran International Physics Symposium (PIPS) pada tanggal 7 – 8 Mei 2013 di Bale Sawala Universitas Padjadjaran Kampus Jatinangor, dan draft paper yang ditulis sedang proses review untuk disubmit ke Jurnal International AIP Proceedings.

5.3 Karakterisasi XRD Lapisan Tipis CoFe₂O₄ Dengan dan Tanpa Kontrol pH

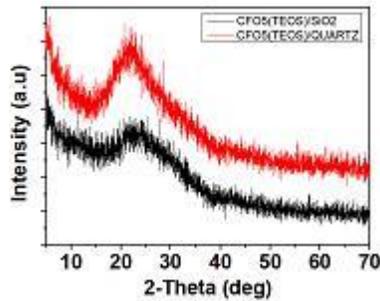
Hasil deposisi lapisan tipis setelah kontrol pH larutan ditunjukkan pada Gambar 5 berikut:



Gambar 8. Grafik XRD lapisan tipis CoFe₂O₄. Warna hitam adalah sampel tanpa kontrol pH setelah sintering dan warna merah adalah sampel dengan kontrol pH sebelum sintering.

Dari gambar 8 dapat dilihat bahwa sampel dengan kontrol pH sebelum disintering sudah menunjukkan adanya puncak, walaupun puncak yang dihasilkan belum konsisten dengan puncak sampel warna hitam. Namun dari segi hasil deposisi, terlihat bahwa lapisan tipis yang terbentuk pada substrat SiO₂ sudah menempel dengan baik dibandingkan dengan sampel tanpa kontrol pH. Sampel dengan kontrol pH ini selanjutnya akan disintering dan dikarakterisasi morfologi dan magnetiknya. Lapisan tipis CFO(TEOS) masih menunjukkan adanya fase amorph.

5.4 Karakterisasi XRD Lapisan Tipis $\text{CoFe}_2\text{O}_4/\text{TEOS}$, pH=9,5

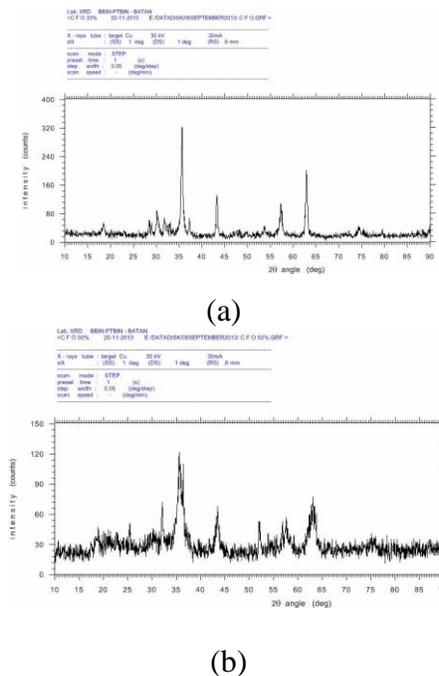


Gambar 9. Grafik XRD lapisan tipis $\text{CoFe}_2\text{O}_4/\text{TEOS}$ dengan dengan komposisi ion logam 33% Co dan 67% Fe, pH 9.5. Warna hitam (bawah) adalah sampel CFO5/TEOS di atas substrat SiO_2 , sedangkan warna merah warna merah (atas) adalah CFO5/TEOS di atas substrat Quartz.

Dari Gambar 9 ditunjukkan bahwa lapisan tipis yang dihasilkan masih amorph. Hal ini disebabkan karena lapisan tipis yang dihasilkan masih terlalu tipis, oleh karena itu masih perlu penambahan proses pyrolisis atau perlakuan substrat sehingga ketika proses sintering, lapisan tipis yang terbentuk tidak mengalami penipisan.

5.5 Karakterisasi XRD Serbuk $\text{CoFe}_2\text{O}_4/\text{TEOS}$, pH=9,5

Hasil pengukuran XRD sampel CFO5/TEOS dan CFO7/TEOS ditunjukkan pada gambar 10 berikut:

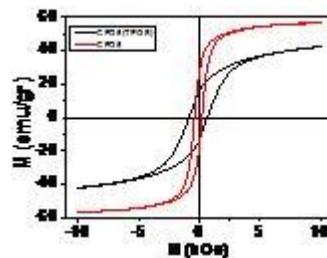


Gambar 10. Grafik XRD serbuk CFO5/TEOS (a) dan CFO7/TEOS (b) setelah sintering pada suhu 900°C x 6 jam.

Dari gambar 10 diatas menunjukkan bahwa bahan CoFe_2O_4 yang didispersikan kedalam TEOS telah menghasilkan fase kristal, dimana puncak-puncak yang dihasilkan konsisten dengan puncak-puncak CoFe_2O_4 referensi.

5.6 Karakterisasi Magnetik Lapisan Tipis $\text{CoFe}_2\text{O}_4/\text{TEOS}$, pH=9,5

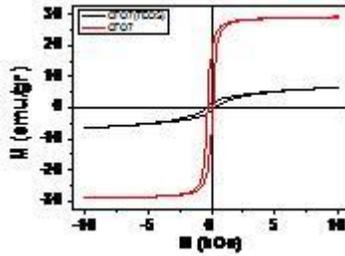
Hasil pengukuran karakteristik magnetik dengan menggunakan alat ukur VSM (Vibrating Sample Magnetometer) melalui pengukuran momen dipol ditunjukkan pada Gambar 11, Gambar 12 dan Gambar 13. Gambar 11 menyatakan kurva hysteresis sampel CFO5 (komposisi ion logam 33% Co dan 67% Fe, pH 9.5) dengan dan tanpa TEOS, Gambar 12 menyatakan kurva hysteresis sampel CFO7 (komposisi ion logam 50% Co dan 50% Fe, pH 9.5) dengan dan tanpa TEOS, sedangkan Gambar 13 menyatakan kurva hysteresis sampel CFO5/TEOS dan CFO7/TEOS.



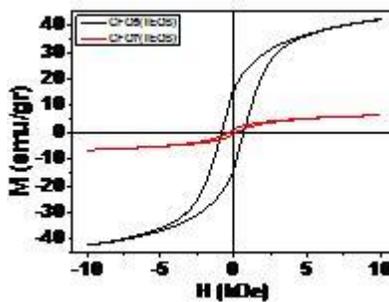
Gambar 11. Kurva hysteresis loop sampel bahan magnet CoFe_2O_4 , dengan komposisi $\text{Co}^{2+}:\text{Fe}^{3+} = 33\%:67\%$ didispersikan dalam TEOS (warna Hitam) dan tanpa didispersikan dalam TEOS (warna merah)

Dari gambar 11 untuk sampel CFO5 (komposisi ion logam 33% Co dan 67% Fe, pH 9.5) dengan dan tanpa TEOS ditunjukkan bahwa saturasi magnetik menurun terhadap penambahan TEOS, walaupun tidak menunjukkan perubahan remanen magneti yang signifikan. Namun nilai koercive magnetiknya bertambah terhadap penambahan TEOS, sehingga secara umum kualitas magnetik bertambah terhadap penambahan TEOS.

Dari gambar 12 CFO5 (komposisi ion logam 50% Co dan 50% Fe, pH 9.5) dengan dan tanpa TEOS menunjukkan adanya penurunan saturasi magnetik dan remanen magnetik yang sangat drastis, walaupun nilai koercivenya tidak terlalu signifikan. Dalam hal ini kualitas magnetik dari bahan dengan komposisi ion logam 50% Co dan 50% Fe, pH 9.5 berkurang drastis terhadap penambahan TEOS.



Gambar 12. Kurva hysteresis loop sampel bahan magnet CoFe_2O_4 , dengan komposisi $\text{Co}^{2+}:\text{Fe}^{3+} = 50\%:50\%$ didispersikan dalam TEOS (warna Hitam) dan tanpa didispersikan dalam TEOS (warna merah)



Gambar 13. Kurva hysteresis loop sampel bahan magnet CoFe_2O_4 yang didispersikan dalam TEOS. Warna Hitam (atas): komposisi $\text{Co}^{2+}:\text{Fe}^{3+} = 33\%:67\%$ (CFO5/TEOS) dan warna merah (Bawah) adalah komposisi $\text{Co}^{2+}:\text{Fe}^{3+} = 50\%:50\%$ (CFO7/TEOS).

Dari gambar 13 untuk sampel yang sama-sama dengan penambahan TEOS kualitas magnetik sampel CFO5/TEOS dengan komposisi ion logam 33% Co dan 67% Fe, pH 9.5 jauh lebih baik dibandingkan dengan sampel komposisi ion logam 50% Co dan 50% Fe, pH 9.5. Nilai saturasi magnetik, remanen magnetik dan koercive menurun terhadap penambahan komposisi ion logam Fe^{3+} , sebagaimana dihasilkan dalam hasil sebelumnya tanpa TEOS.

Berdasarkan hasil analisa dari keseluruhan pengukuran ini, maka selanjutnya akan dilakukan optimasi baik dari segi penumbuhan lapisan tipisnya maupun dari segi pengaruh penambahan % berat TEOS. Pekerjaan ini akan merupakan bagian dari Tugas Akhir mahasiswa yang dipredikdikan akan lulus Agustus 2014.

BAB 6. KESIMPULAN DAN SARAN

Telah berhasil dipreparasi kristal bahan magnet CoFe_2O_4 baik tanpa kontrol pH maupun dengan kontrol pH larutan, demikian juga dengan dan tanpa penambahan TEOS. Karakteristik kristal dan magnetik meningkat terhadap kontrol pH. Hal ini disebabkan oleh karena meningkatnya laju reaksi selama proses pelarutan pembentukan senyawa CoFe_2O_4 . Namun disisi lain, karakteristik kristal dan magnetik menurun terhadap penambahan persentase mol ionik logam Co dan Fe pada pH larutan 9,5. Hal ini diduga adanya substitusi Co ke dalam Fe sebagaimana diperlihatkan menurunnya parameter kisi dan volume unit sel kristal yang dihasilkan. Namun karakteristik magnetik menurun terhadap penambahan TEOS.

Untuk memperbaiki karakteristik magnetik lapisan ferrite akan dilakukan sintesis sampel dengan menggunakan variasi %wt TEOS terhadap cobalt ferrite dan suhu sintering.

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, Yiyan 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.
27. T. Saragi, Thomson H.N., Christian dan Norman Syakir. *Laporan PHB Tahun I.*, 2012