

### BAB III

#### METODE PENELITIAN

##### 3.1. Metode Penelitian

Metode penelitian yang digunakan pada penelitian ini adalah metode eksperimen. Pada penelitian ini akan dilakukan sintesis magnet nano barium heksaferit menggunakan kitosan sebagai surfaktan dengan membandingkan pengaruh penambahan waktu aging dan pemanasan larutan tapioka pada sampel magnet nano barium heksaferit.

Penelitian ini menggunakan perbandingan mol prekursor Ba : Fe sebesar 1 : 12 yang mengacu pada rumus kimia dari barium heksaferit yaitu  $BaFe_{12}O_{19}$  dan perbandingan tapioka : kitosan sebesar 1 : 2 yang mengacu pada penelitian sebelumnya (Septiadi dan Purwasasmita, 2014) dengan tambahan larutan NaOH 2M sebanyak 2 ml yang digunakan untuk mengatur pH dari larutan barium heksaferit. Hasil dari penelitian sintesis magnet nano barium heksaferit ini selanjutnya akan dikarakterisasi menggunakan *X-Rays Diffractometry* (XRD), *Scanning Electron Microscope* (SEM), dan *Vibrating Sample Magnetometer* (VSM) untuk mengetahui struktur kristal, morfologi, dan sifat magnetik dari magnet nano barium heksaferit yang telah berhasil disintesis menggunakan metode sol gel. Sampel-sampel yang akan diteliti dari penelitian ini ditunjukkan pada Tabel 3.1.

Tabel 3.1. Sampel penelitian

Sampel No.	Waktu Aging (Jam)	Temp. Larutan Tapioka ( $^{\circ}C$ )
1	0	45
2	2	
3	4	
4	0	75
5	2	

Agus Faizal Mu'arif

PENGARUH WAKTU AGING DAN PEMANASAN LARUTAN TAPIOKA TERHADAP SIFAT MAGNETIK PADA SINTESIS MAGNET NANO BARIUM HEKSAFERIT ( $BaFe_{12}O_{19}$ )

Universitas Pendidikan Indonesia | repository.upi.edu | perpustakaan.upi.edu

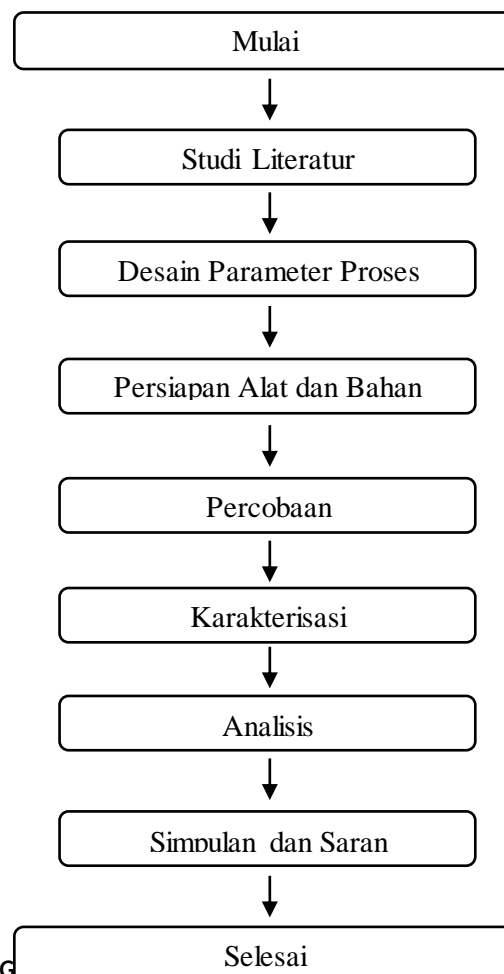
6	4	
---	---	--

### 3.2. Lokasi Penelitian

Penelitian mengenai sintesis magnet nano barium heksaferit dengan menggunakan kitosan sebagai surfaktan dengan membandingkan pengaruh penambahan waktu aging dan pemanasan larutan tapioka pada sampel magnet nano barium heksaferit dilakukan di Balai Besar Logam dan Mesin yang bertempat di Jl. Sangkuriang No. 12 Bandung 40135, Jawa Barat, Indonesia.

### 3.3. Diagram Prosedur Penelitian

Tahapan dari penelitian sintesis magnet nano barium heksaferit secara sederhana ditunjukkan pada diagram percobaan penelitian pada Gambar 3.1. berikut ini.



Gambar 3.1. Diagram prosedur penelitian

### 3.4. Metode Sintesis Sol Gel

Metode sintesis sol gel atau metode sol gel yang digunakan pada penelitian ini merupakan suatu metode dimana perubahan fasa dari suspensi koloid (sol) menjadi fasa gel dapat terjadi. Pemrosesan dengan menggunakan fasa cair pada metode sol gel memungkinkan reaksi terjadi pada skala molekuler sehingga reaksi yang terjadi lebih homogen. Umumnya pada sol gel ditunjukkan penggunaan alkoksida logam ( $\text{Si}(\text{C}_2\text{H}_5\text{O})_4$ ,  $\text{Ti}(\text{C}_4\text{H}_9\text{O})_4$ , dll), garam-garam nitrat ( $\text{Ba}(\text{NO}_3)_2$  dan  $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$ , dll), atau garam-garam klorida ( $\text{NiCl}_2$ ,  $\text{FeCl}_3$ ,  $\text{BaCl}_2$ , dll) sebagai precursor (Brinker *et al*, 1990, hlm 2).

Pada metode sol gel terdapat dua tahapan yaitu tahap hidrolisis dan tahap kondensasi dari precursors. Hidrolisis adalah reaksi antara prekursor dengan air yang akan menghasilkan hidroksida logam. Prekursor yang terhidrolisis dalam pendispersi akan menghasilkan sistem sol. Sedangkan kondensasi adalah proses breaksinya dua hidroksida logam menjadi oksida logam. Kondensasi dipengaruhi oleh dua faktor yaitu pH dan temperatur. Pada penelitian ini, barium heksaferit memiliki formula kimia dari paduan  $\text{BaO}$  dan  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  yang memungkinkan untuk terjadinya proses hidrolisis dan kondensasi sehingga metode sol gel dirasa tepat untuk digunakan dalam eksperimen ini. Selain itu, diantara berbagai teknik fabrikasi yang digunakan untuk memperoleh partikel dalam bentuk batang (*rod-like*), metode kimia basah dan hidrotermal seperti sol gel merupakan metode yang dipandang memiliki banyak kelebihan seperti prosesnya lebih singkat, temperatur yang digunakan lebih rendah, dapat menghasilkan serbuk metal oksida dengan ukuran nano partikel, dan dapat menghasilkan karakteristik yang lebih baik dari pada proses metalurgi serbuk (Widodo, 2010). Hal tersebut yang menjadi alasan digunakannya metode sol gel dalam penelitian sintesis magnet nano barium ini.

### 3.5. Alat dan Bahan yang Digunakan

3.5.1. Alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah :

Tabel 3.1. Alat-alat yang digunakan dalam penelitian

No.	Alat-alata penelitian	Keterangan
1.	Gelas Kimia 1 L	Tempat mencampur larutan hasil preparasi
2.	Gelas Kimia 250 ml	Tempat preparasi larutan
3.	Gelas Kimia 100 ml	Tempat preparasi larutan
4.	Gelas Ukur 100 ml	Untuk menakar larutan
5.	Pipet 10 ml	Untuk menambahkan larutan
6.	Spatula Stainless	Untuk mengambil bahan saat penimbangan
7.	Pinset Stainless	Untuk memasukan dan menagmbil magnet stirrer pada larutan
8.	Timbangan Prescision Analytical Balance Resolusi 0,001	Untuk menimbang bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian
9.	Wise Homogenizer Ultra Turrax Tipe Hg-15D	Untuk homogenisasi larutan
10.	Hot Plate Magnetic Stirrer IKA RCT Basic	Untuk mengaduk larutan dan memanaskan larutan
11.	Magnetizer JICA	Untuk mengaduk larutan
12.	Oven Masak KIRIN	Untuk proses drying larutan sampel $\text{BaFe}_{12}\text{O}_{19}$
13.	Tungku Listrik JICA	Untuk proses kalsinasi
14.	Combution Boat	Tempat menyimpan sampel saat proses kalsinasi
15.	Mortar	Untuk menghaluskan sampel setelah dioven
16.	Kertas timbang	Untuk alas saat menimbang
18.	Pot Salep	Tempat menyimpan sampel $\text{BaFe}_{12}\text{O}_{19}$ hasil kalsinasi

19.	Tisu	Untuk membersihkan alat-alat penelitian
20.	Kamera	Untuk dokumentasi saat penelitian

### 3.5.2. Bahan – bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah:

Bahan yang digunakan pada sintesis magnet barium heksaferit adalah  $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ ,  $\text{Ba}(\text{NO}_3)_2$ , kitosan molekul rendah, tepung tapioka, Aquadest, NaOH, dan asam asetat. Untuk penjelasan dari masing-masing bahan dijelaskan secara singkat sebagai berikut.

Besi (III) nitrat nonanhidrat ( $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ ) merupakan produk dari Sigma Aldric sebagai salah satu bahan utama atau prekursor dari sintesis magnet barium heksaferit. Besi (III) nitrat nonanhidrat tergolong sebagai garam nitrat dengan kation berupa  $\text{Fe}^{3+}$ . Besi (III) nitrat nonanhidrat dalam temperatur ruangan berbentuk serbuk dan memiliki warna putih keungu-unguan. Besi (III) nitrat nonanhidrat dapat mudah terhidrolisis menjadi  $\text{Fe}(\text{OH})_3$  yang berwarna seperti teh (Imamkhasani et al, 2001).

Barium nitrat ( $\text{Ba}(\text{NO}_3)_2$ ) merupakan produk dari Sigma Aldric yang juga berperan sebagai bahan utama atau prekursor dari sintesis magnet barium heksaferit. Barium nitrat tergolong sebagai garam nitrat dengan kation berupa  $\text{Ba}^{2+}$ . Barium nitrat dalam temperatur ruangan berbentuk serbuk dan memiliki warna putih. Barium nitrat dapat mudah terhidrolisis menjadi  $\text{Ba}(\text{OH})_2$  (Imamkhasani et al, 2001).

Kitosan molekul rendah yang juga merupakan produk dari Sigma Aldric adalah senyawa alam yang memiliki sifat kationik. Kitosan didapatkan dari proses deastilasi senyawa kitin yang merupakan polisakarida yang terkandung dalam cangkang suku *crustaceae* seperti udang, kepiting, dan lain-lain (Sakinen, 2003). Kitosan memiliki sifat *hidrofobik* dan sifat *hidrofilik* secara bersamaan. Kitosan juga memiliki

sifat tidak toksik, tidak mengiritasi, biokompatible dan biodegradable. Kitosan merupakan suatu senyawa *hidrofobik* sehingga sulit larut dalam air, tetapi sangat mudah larut dalam larutan asam dan akan bersifat polikationik dalam lingkungan asam. Hal tersebut dikarenakan kitosan memiliki gugus amina yang dapat terprotonasi oleh  $H^+$  dari asam (Rowe et al, 2006, hlm 160). Sehingga penambahan asam lemah perlu dilakukan untuk melarutkan kitosan dalam pelarut air. Penambahan asam lemah seperti asam asetat akan menjadikan kitosan memiliki gugus *hidrofilik* kationik sehingga dapat berperan sebagai surfaktan. Kitosan sebagai surfaktan dalam metode sol gel dapat berfungsi sebagai *coupling agent* maupun dispersan.

Tepung tapioka yang digunakan merupakan produk dari Rose Brand adalah pati yang diperoleh dari ekstrak umbi singkong. Komposisi kimia tepung tapioka terdiri dari serat, air, karbohidrat, protein, dan lemak. Namun senyawa yang paling dominannya adalah pati. Pati merupakan karbohidrat kompleks yang berwujud bubuk putih dan tidak berbau, semakin putih suatu pati semakin baik mutunya (Rahman, 2007). Pati tersusun dari dua macam karbohidrat dalam komposisi yang berbeda-beda yaitu amilosa yang dapat terlarut dalam air dengan ikatan struktur yang lurus dan amilopektin yang tidak larut dalam air dengan ikatan struktur yang bercabang. Tepung tapioka merupakan kumpulan serbuk-serbuk pati yang disebut dengan granula. Granula merupakan kombinasi dari amilosa dan amilopektin. Penggunaan pati pada metode sol gel dilakukan dengan melarutkan pati dalam pelarut air. Ketika pati dimasukkan ke dalam air disertai dengan pemanasan maka serbuk pati akan menyerap air dan mengembang dengan jumlah air mencapai 30% (Winarno, 2002, hlm 30). Kemampuan menyerap air tersebut dikarenakan jumlah gugus hidroksil dalam molekul pati sangat besar dan proses mengembangnya pati tersebut disebut dengan *swelling*. *Swelling* terjadi pada daerah amorf granula pati. Ikatan hidrogen yang lemah antar molekul pati pada daerah amorf akan

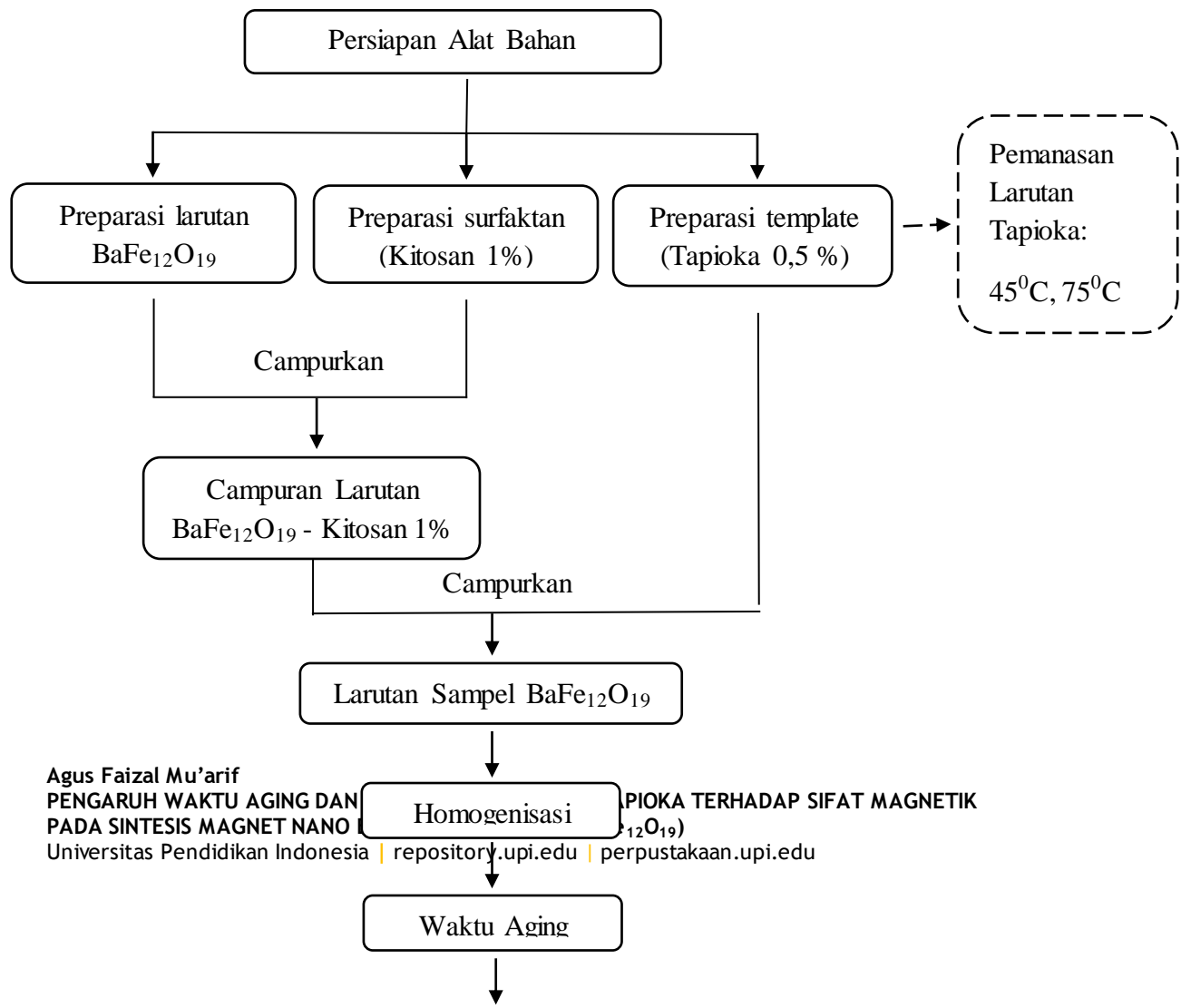
terputus saat pemanasan, sehingga terjadi hidrasi air oleh granula pati. Granula pati akan terus mengembang, sehingga viskositas meningkat hingga volume hidrasi maksimum yang dapat dicapai oleh granula pati (Swinkels, 1985 dalam Rahman, 2007). Tingkat swelling dipengaruhi oleh kadar amilopektin karena amilopektin memiliki proporsi rantai cabang yang tinggi (Li *et al*, 2001 dalam Septiadi dan Purwasasmita, 2014). Apabila pemanasan dilanjutkan maka amilosa akan terlepas dari granula pati. Suhu pada saat granula pati pecah disebut suhu gelatinasi. Suhu gelatinasi berbeda-beda bagi tiap jenis pati dan merupakan suatu kisaran. Dengan viskometer suhu gelatinasi dapat ditentukan, misalnya pada jagung 62-70<sup>0</sup>C, beras 68-78<sup>0</sup>C, gandum 54,5-64<sup>0</sup>C, kentang 58-66<sup>0</sup>C, dan tapioka 52-64<sup>0</sup>C (Winarno, 2002, hlm 30). Menurut hasil penelitian lain (Swinkels, 1985 dalam Rahman, 2007) suhu gelatinisasi tepung tapioka berkisar antara 65-70<sup>0</sup>C. Perbedaan suhu gelatin tersebut di akibatkan oleh karakteristik tapioka yang berbeda-beda setiap jenisnya seperti panjang pendeknya rantai amilosa dan amilopektin yang dimiliki. Amilosa yang terlepas dari granula diakibatkan oleh terputusnya ikatan hidrogen antar molekul pada daerah amorf. Selain lepasnya amilosa dari granula pati, pemanasan juga dapat membuat struktur amilopektin rusak. Struktur amilopektin yang rusak akan menjadi amilopektin dengan struktur linier yang berpotensi untuk menghasilkan partikel dengan morfologi batang (*rod-like*)

Bahan lainnya seperti Aquadest, NaOH, dan asam asetat merupakan bahan teknis atau merupakan bahan dari produk lokal. Aquadest digunakan sebagai pelarut utama dari bahan-bahan yang digunakan seperti untuk pelarut kitosan dan tapioka. NaOH merupakan basa yang berupa padatan putih tak berbau yang bersifat *higroskopis* (mudah menyerap air) dan korosif (Imamkhasani et al, 1998) digunakan untuk mengontrol pH dari larutan barium heksaferit, dalam penelitian ini digunakan NaOH 2M sebanyak 2 ml pada campuran larutan barium

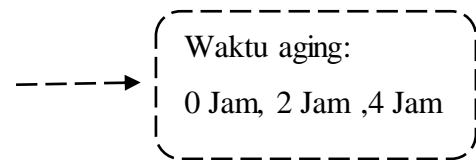
heksaferit yang dibuat. Sedangkan asam asetat yang merupakan asam karboksilat yang dalam kondisi normal berbentuk cairan dengan sifat higroskopis dan iritan (Imamkhasani et al, 1998) berfungsi sebagai pelarut, namun sedikit berbeda dengan Aquadest, asam asetat dalam penelitian ini digunakan untuk melarutkan kitosan dalam pelarut air.

### 3.6. Diagram Prosedur Eksperimen

Tahapan dari prosedur eksperimen ini secara sederhana ditunjukkan oleh diagram pada Gambar 3.2.







Gambar 3.2. Diagram prosedur eksperimen

### 3.7. Prosedur Eksperimen Magnet Nano Barium Heksaferit

Larutan  $\text{BaFe}_{12}\text{O}_{19}$  merupakan bahan utama dalam penelitian ini. Larutan tersebut diharapkan setelah selesai diproses dan dicampur dengan surfaktan dapat menjadi serbuk dengan morfologi dan sifat magnetik yang baik. Untuk itu pertama-tama perlu disiapkan terlebih dahulu larutan-larutan yang akan digunakan dalam sintesis magnet nano barium heksaferit sesuai dengan tahapan prosedur pada Gambar 3.2.

#### 3.7.1. Preparasi Larutan $\text{BaFe}_{12}\text{O}_{19}$

Preparasi larutan barium heksaferit dilakukan dengan mencampurkan dua larutan utama yaitu larutan  $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$  dengan larutan  $\text{Ba}(\text{NO}_3)_2$ . Selain kedua larutan utama tersebut, pada preparasi larutan barium heksaferit juga ditambahkan larutan  $\text{NaOH}$  2M yang berfungsi sebagai pengontrol pH dari larutan barium heksaferit. Preparasi larutan barium heksaferit dilakukan dengan menggunakan perbandingan  $\text{Ba} : \text{Fe}$  sebesar 1 : 12 mengacu pada rumus kimia barium heksaferit yaitu  $\text{BaFe}_{12}\text{O}_{19}$ . Sebelum proses pencampuran dilakukan untuk memperoleh larutan barium heksaferit, ketiga larutan tersebut terlebih dahulu perlu disiapkan. Untuk pembuatan larutan  $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$  dibuat dengan cara melarutkan 9,7 gram  $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$  dengan 200 ml aquadest dan mengaduknya menggunakan *magnetic stirrer* selama 10 menit. Proses yang sama dilakukan pada pembuatan larutan  $\text{Ba}(\text{NO}_3)_2$  dengan cara melarutkan 0,5 gram  $\text{Ba}(\text{NO}_3)_2$  dengan 200 ml dan mengaduknya selama 10 menit menggunakan *magnetic stirrer*. Sedangkan untuk larutan  $\text{NaOH}$  2M diperoleh dengan melarutkan 8 gr  $\text{NaOH}$  kedalam 100 ml aquadest dan mengaduknya sampai larutan  $\text{NaOH}$  benar-benar terlarut dengan sempurna. Setelah ketiga larutan siap, larutan  $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$  dicampurkan dengan larutan  $\text{Ba}(\text{NO}_3)_2$  sebanyak 100 ml dari masing-masing larutan, sehingga didapat campuran dari kedua larutan sebanyak 200 ml. Sambil diaduk menggunakan *magnetic stirrer* selama 10 menit,

kedalam larutan tersebut diteteskan larutan NaOH 2M sebanyak 2 ml menggunakan pipet 10 ml sedikit demi sedikit sampai larutan menjadi koloid dan warna dari larutan berubah menjadi coklat gelap seperti warna teh.

#### 3.7.2. Preparasi Surfaktan (Kitosan 1%)

Preparasi larutan kitosan 1% diawali dengan mencampurkan asam asetat 0,5 ml dan aquadest 49,5 ml sehingga diperoleh campuran larutan asam asetat dengan aquadest sebanyak 50 ml, setelah itu larutkan kitosan molekul rendah kedalam campuran larutan asam asetat dengan aquadest sebanyak 1 : 50 wt/vol sambil diaduk dengan menggunakan *magnetic stirrer* selama 30 menit sampai kitosan benar-benar terlarut.

#### 3.7.3. Preparasi Template (Tapioka 0,5%)

Preparasi larutan tapioka 0,5% diperoleh dengan melarutkan tapioka kedalam aquadest sebanyak 1 : 200 wt/vol dengan mengaduknya menggunakan *magnetic stirrer* selama 15 menit sambil dipanaskan pada *Hot plate magnetic stirrer* pada temperatur  $45^{\circ}\text{C}$  dan  $75^{\circ}\text{C}$ . Pemanasan larutan tapioka pada dua temperatur berbeda tersebut ditunjukkan untuk melihat pengaruh yang terjadi pada struktur kristal dan morfologi dari sampel magnet nano barium heksaferit.

#### 3.7.4. Pembuatan Sampel Barium Heksaferit

Setelah preparasi dari ketiga larutan di atas selesai maka selanjutnya akan dilakukan proses pembuatan sampel barium heksaferit. Proses pembuatan sampel dimulai dengan mencampurkan larutan  $\text{BaFe}_{12}\text{O}_{19}$  dengan larutan kitosan 1%. Larutan  $\text{BaFe}_{12}\text{O}_{19}$  yang sudah disiapkan pada gelas kimia 1 L ditambahkan dengan larutan kitosan sebanyak 40 ml dan diaduk selama 15 menit menggunakan *magnetic stirrer*. Kemudian pada campuran larutan  $\text{BaFe}_{12}\text{O}_{19}$  - kitosan ditambahkan larutan tapioka 0,5% sebanyak 20 ml dan diamkan larutan teraduk menggunakan *magnetic stirrer* selama 30 menit. Setelah larutan sampel  $\text{BaFe}_{12}\text{O}_{19}$  selesai disiapkan selanjutnya larutan akan di homogenisasi.

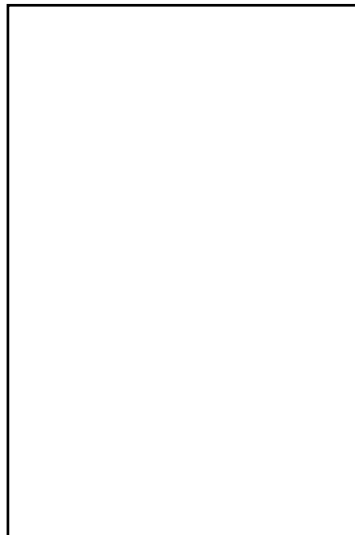
Agus Faizal Mu'arif

PENGARUH WAKTU AGING DAN PEMANASAN LARUTAN TAPIOKA TERHADAP SIFAT MAGNETIK PADA SINTESIS MAGNET NANO BARIUM HEKSAFERIT ( $\text{BaFe}_{12}\text{O}_{19}$ )

Universitas Pendidikan Indonesia | repository.upi.edu | perpustakaan.upi.edu

### 3.7.5. Homogenisasi

Setelah semua bahan dicampurkan dan menjadi larutan sampel  $\text{BaFe}_{12}\text{O}_{19}$ . Larutan tersebut selanjutnya dihomogenisasi menggunakan *Wise Homogenizer Ultra Turrax Tipe Hg-15D* dengan putaran 10.000 RPM selama 3 x 5 menit dan jeda 5 menit setiap putarannya. Proses homogenisasi dilakukan untuk membuat partikel barium heksaferit terdistribusi sempurna dalam media pendispersi dan untuk menghancurkan partikel-partikel besar yang terbentuk. Selain itu proses homogenisasi atau pengadukan juga berguna untuk meningkatkan tumbukan antar partikel



sehingga kemungkinan terjadinya reaksi menjadi lebih besar. Untuk proses dari homogenisasi ditunjukkan pada Gambar 3.3.

Gambar 3.3. Proses homogenisasi larutan  $\text{BaFe}_{12}\text{O}_{19}$

### 3.7.6. Drying

Larutan sampel  $\text{BaFe}_{12}\text{O}_{19}$  yang sudah dihomogenisasi selanjutnya akan dimasukkan kedalam Oven dengan temperatur  $100^{\circ}\text{C}$  selama dua hari untuk menghilangkan pelarut sampai larutan menjadi kering. Proses pemanasan pada temperatur  $100^{\circ}\text{C}$  berfungsi untuk dua hal yaitu untuk

mempercepat proses evaporasi fasa cair sekaligus menjadi syarat terjadinya proses kondensasi.

### 3.7.7. Kalsinasi

Setelah proses pemanasan dilakukan dan larutan  $\text{BaFe}_{12}\text{O}_{19}$  menjadi kering, kerak yang tersisa hasil pengeringan menggunakan oven selanjutnya akan digerus menggunakan mortar sampai kerak menjadi serbuk halus. Serbuk  $\text{BaFe}_{12}\text{O}_{19}$  yang sudah halus hasil penggerusan seperti yang ditunjukkan pada Gambar 3.4. akan dimasukkan kedalam *combustion boat* untuk dikalsinasi pada tungku pemanas dengan



temperatur  $1000\text{ }^{\circ}\text{C}$  dan holding time selama 2 jam. Hasil dari proses kalsinasi serbuk  $\text{BaFe}_{12}\text{O}_{19}$  akan terlihat seperti Gambar 3.5.

Gambar 3.4. Serbuk  $\text{BaFe}_{12}\text{O}_{19}$  sebelum kalsinasi



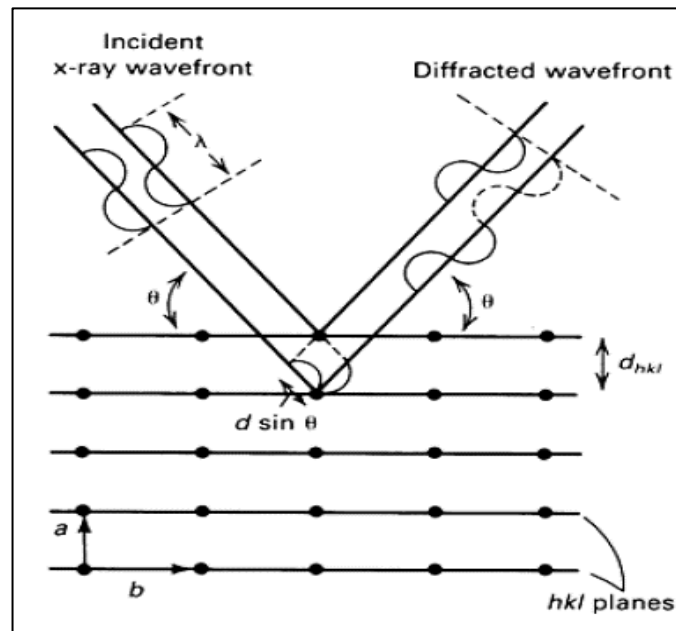
Gambar 3.5. Serbuk  $\text{BaFe}_{12}\text{O}_{19}$  setelah kalsinasi

### 3.7.8. Karakterisasi dan Analisis Data

Setelah semua proses sintesis magnet nano barium heksaferit selesai dilakukan, selanjutnya akan dilakukan proses karakterisasi *X-Ray Diffractometry* (XRD) dan *Scanning Electron Microscopy* (SEM) untuk mengetahui struktur kristal dan morfologinya, serta karakterisasi *Vibrating Sample Magnetometer* (VSM) untuk mengetahui sifat magnetiknya. Spesimen uji dari ketiga karakterisasi tersebut ialah berupa serbuk  $\text{BaFe}_{12}\text{O}_{19}$  yang telah dikalsinasi. Untuk lebih jelasnya terkait ketiga karakterisasi tersebut akan dijelaskan sebagai berikut.

#### 3.7.8.1. Karakterisasi Struktur Kristal

*X-Ray Diffractometry* (XRD) merupakan teknik karakterisasi yang digunakan untuk melihat karakterisasi kristal suatu material seperti logam, keramik, mineral, polimer, plastik, dll. Teknik XRD dapat digunakan untuk mengidentifikasi fasa dari suatu material untuk memberikan informasi tentang struktur kristal dari sampel seperti *grain size*, tekstur, dan cacat kristal (Whan, 1992, hlm 662). Tujuan dari XRD adalah untuk mengkarakterisasi sel satuan, yaitu untuk menentukan ukuran, bentuk, simetri, dan susunan atom. Pada penelitian ini, karakterisasi struktur kristal dilakukan di laboratorium BATAN Bandung menggunakan alat *XRD X'pert Pro Panalytical* yang ditunjukkan untuk mengetahui karakterisasi struktur kristal dan fasa dari magnet nano barium heksaferit yang telah disintesis. Prinsip dasar dari alat XRD sendiri berdasarkan pada hukum Bragg seperti ditunjukkan oleh Gambar 3.6.



Gambar 3.6. Prinsi dasar hukum Bragg (Whan, 1992)

Menurut Bragg hubungan jarak antar bidang di kristal dengan sudut difraksi di dalam kristal adalah sebagai berikut :

$$n\lambda = 2D \sin \theta, n = 1, 2, 3, \dots \quad (3.1)$$

Dimana  $\lambda$  adalah panjang gelombang sinar-X,  $D$  adalah jarak antar bidang, dan  $\theta$  adalah sudut difraksi. Persamaan ini digunakan untuk menentukan parameter kisi  $a$ ,  $b$ ,  $c$  yang bisa diperoleh dengan menggunakan persamaan 2.1. dan struktur kristal dari suatu material (Kwan, 2008).

Ketika sinar-x berinteraksi dengan awan elektron dari atom dalam kristal, setiap atom menghasilkan gelombang difraksi yang amplitudonya sebanding dengan jumlah elektron dalam atom. Gelombang difraksi tunggal akan berinterferensi satu dengan lainnya yang akhirnya akan menghasilkan variasi dalam intensitas yang terlihat dalam pola difraksi. Jumlah interferensi tergantung pada posisi dari atom relatif terhadap satu sama lain untuk bidang Bragg (Whan, 1992, hlm 713). Hasil dari XRD

berupa grafik  $2\theta$  terhadap intensitas dengan puncak (*peak*) pada kurva XRD menunjukkan intensitas yang tinggi. Intensitas menjadi tinggi karena adanya gabungan konstruktif dari pantulan sinar X (*diffracted wavefront*) yang berfasa sama. Analisis fasa dapat dilakukan dengan memanfaatkan kurva XRD sebagai bahan analisis. Kurva XRD akan dianalisis menggunakan *software* untuk mengidentifikasi fasa apa saja yang terbentuk.

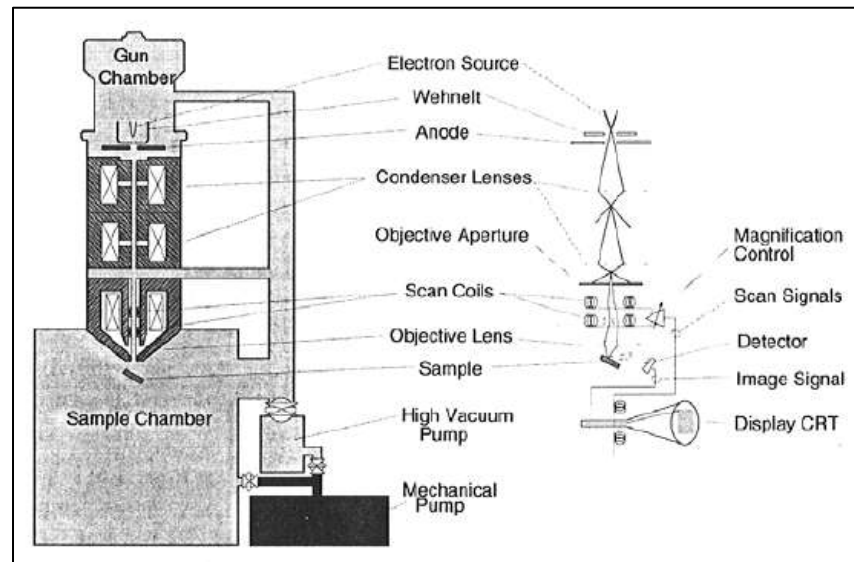
Karakterisasi XRD dari sintesis magnet nano barium heksaferit pada penelitian ini akan diolah dengan menggunakan *software Xpowder*. Hasil dari pengolahan menggunakan *software Xpowder* yang berupa grafik  $2\theta$  terhadap intensitas selanjutnya akan dibandingkan dan dianalisis puncak-puncaknya untuk melihat fasa yang terbentuk dan pengaruh yang diakibatkan dari penambahan waktu aging dan pemanasan larutan tapioka terhadap struktur kristal dari sampel magnet nano barium heksaferit yang diperoleh.

#### 3.7.8.2. Karakterisasi Morfologi

Untuk mengetahui karakterisasi morfologi dari magnet nano barium heksaferit yang telah disintesis dengan memvariasikan waktu aging dan pemanasan larutan tapioka, dilakukan karakterisasi dengan menggunakan alat SEM di laboratorium Teknik Metalurgi UI. *Scanning Electron Microscopy* (SEM) sendiri merupakan instrumen yang menggunakan sumber elektron sebagai pengganti cahaya untuk menerangi spesimen (Tiedt *et al*, 2002). Penggunaan elektron tidak hanya memberikan resolusi yang lebih baik tetapi juga memberikan berbagai sinyal yang dapat digunakan untuk memperoleh informasi mengenai karakteristik di dekat permukaan spesimen (Cheney, 2005). Karakterisasi struktur mikro dapat dilakukan dengan SEM dalam bentuk spesimen *bulk*. Dari struktur mikro spesimen akan didapatkan informasi seperti ukuran partikel, keseragaman partikel, bentuk partikel, dan aspek rasio



partikelnya. Berikut ini adalah skema dari SEM yang ditunjukkan pada Gambar 3.7.



Gambar 3.7. Skema SEM (Tiedt et al, 2002)

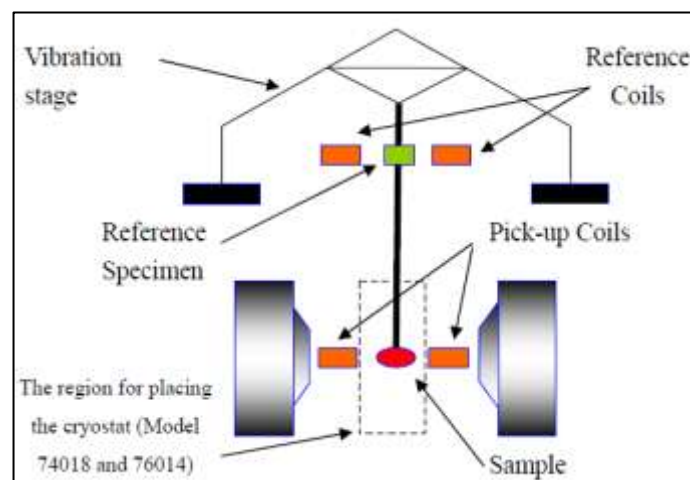
Prinsip kerja dari SEM secara sederhana terlihat seperti skema Gambar 3.7. dimana elektron ditembakkan dari *electron source* yang dihasilkan oleh emisi termionik dari filamen tungsten yang berada di dalam Wehnelt yang berfungsi untuk mengontrol jumlah elektron bebas yang keluar. Elektron yang ditembakkan dari *electron source* selanjutnya melewati anoda dan dua lensa kondensor yang menyebabkan berkas elektron berkumpul dan melewati titik fokus yang selanjutnya diteruskan menuju lubang tujuan (*objective apertures*) untuk menentukan diameter atau ukuran wilayah berkas dispesimen yang nanti akan menentukan resolusi dan kedalaman dari gambar hasil karakterisasi. Gambar hasil karakterisasi SEM terbentuk dari hasil bombardir berkas elektron pada spesimen, pantulan berkas elektron pada spesimen selanjutnya akan ditangkap oleh detektor dan disusun menjadi gambar (Cheney, 2005). Ruangannya di dalam *chamber* pada instrumen SEM diatur sehingga berada dalam keadaan vakum untuk menghindari gangguan terhadap elektron

seperti *high voltage discharge* dan penyebaran elektron oleh atom gas. Dalam SEM, kontras dikendalikan oleh jumlah atom (daerah dengan jumlah atom tinggi tampak bercahaya, sementara daerah dengan jumlah atom rendah tampak gelap) (Whan, 1992, hlm 1264).

Pada penelitian ini hasil dari karakterisasi morfologi dengan menggunakan alat SEM akan dibandingkan dan dianalisis citra dari gambar morfologi yang dihasilkan untuk mencari tahu bagaimana pengaruh penambahan waktu aging dan pemanasan larutan tapioka pada sintesis magnet nano barium heksaferit terhadap morfologi dari sampel magnet nano barium heksaferit yang diperoleh. Selain itu, hasil karakterisasi SEM juga digunakan untuk melihat pengaruh waktu aging dan peningkatan temperatur larutan tapioka terhadap bentuk partikel yang dihasilkan, apakah terdapat partikel dalam morfologi batang (*rodlike*) atau tidak.

### 3.7.8.3. Karakterisasi Sifat Magnetik

*Vibrating Sample Magnetometer (VSM)* merupakan instrumen yang umum digunakan untuk mengukur respon suatu sample terhadap medan magnet (Kwan, 2008). Karakterisasi sifat magnetik menggunakan alat VSM ini dilakukan di Pusat Sains dan Teknologi Bahan Maju (PSTBM) BATAN Serpong. Salah satu skema dari VSM ditunjukkan oleh Gambar 3.8.



Gambar 3.8. Skema VSM (Kwan, 2008)

Prinsip kerja dari instrumen VSM adalah sample akan digetarkan pada arah vertikal dengan frekuensi tertentu pada daerah antara kutub elektromagnet. Dengan memberikan medan magnet seragam, suatu sinyal dalam bentuk *induced voltage* akan dihasilkan pada *pickup coils* mengacu pada hukum Faraday yang menyebabkan hadirnya osilasi *magnetic flux* dari sample. *Magnetic moments* dari *sample* akan didapatkan dengan cara membandingkan *induced voltage* dari referensi dengan *induced voltage* dari sample. Dari karakterisasi VSM ini selanjutnya akan diketahui sifat magnetik dari suatu material yang diuji (Kwan, 2008). Hasil dari karakterisasi VSM dalam bentuk *hysteresis loop* akan dibandingkan dan dianalisis untuk melihat nilai remanensi bahan ( $B_r$ ) dan koersivitas bahan ( $H_c$ ) yang dihasilkan dan pengaruh dari morfologi dan struktur kristal terhadap sifat magnetik pada sampel magnet nano barium heksaferit.