

Sintesis dan Karakterisasi Sifat Magnetik Serbuk Barium M-Heksaferrit dengan Doping Ion Zn pada Variasi Temperatur Rendah

Ariza Noly Kosasih dan M. Zainuri

Fisika, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Institut Teknologi Sepuluh Nopember (ITS)

Jl. Arief Rahman Hakim, Surabaya 60111

E-mail: zainuri@physics.its.ac.id

Abstrak—Sintesis Barium M-Heksaferrit ($\text{BaFe}_{11,4}\text{Zn}_{0,6}\text{O}_{19}$) doping ion Zn telah dilakukan dengan metode kopresipitasi. Bahan yang digunakan dalam sintesis yaitu BaCO_3 , $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ dan ion Zn. Dalam penelitian ini digunakan variasi suhu kalsinasi pada temperatur rendah yaitu 80°C , 150°C , 200°C dan 280°C selama 4 jam. Hasil sintesis dikarakterisasi dengan DSC-TGA (Differential Scanning Calorimetry – Thermogravimetric), XRD (X-ray Diffraction), SEM (Scanning Electron Microscopy) dan VSM (Vibrating Sample Magnetometer). Barium M-Heksaferrit terbentuk pada temperatur 150°C sebesar 72,54% dan mempunyai ukuran partikel sebesar $0,5\mu\text{m}$. Kurva histerisis menunjukkan telah terbentuk softmagnetic dengan magnetisasi remanensi (M_r) sebesar $0,01\text{ emu/gr}$, medan koersivitas (H_c) sebesar $0,00825\text{ Tesla}$ dan mempunyai magnetisasi tertinggi terjadi ketika medan koersivitas (H_c) sebesar 1 Tesla dengan magnetisasi sebesar $0,55\text{ emu/gr}$.

Kata Kunci— barium m-heksaferrit, kopresipitasi, softmagnetik variasi temperatur rendah.

I. PENDAHULUAN

BARIAM M-HEKSAFERRIT merupakan magnet keramik yang banyak digunakan dalam berbagai aplikasi. Ketersediaan bahan baku Barium Heksaferrit relatif murah dan pembuatannya relatif mudah. Barium Heksaferrit dapat disintesis dengan beberapa metode seperti kristalisasi gas, presipitasi hidrotermal, sol-gel, aerosol, pemanduan mekanik dan kopresipitasi. Salah satu aplikasi Barium Heksaferrit yaitu dapat digunakan sebagai bahan pembuat material anti radar / RAM (*Radar Absorbing Material*).

Berdasarkan penelitian sebelumnya, telah disintesis material Barium Heksaferrit dengan berbagai metode dan tinjauan yang berbeda. Pada penelitian sebelumnya telah berhasil mensintesis Barium Heksaferrit dengan metode kopresipitasi pada variasi konsentrasi ion doping Zn dan menghasilkan prosentase Barium Heksaferrit ($\text{BaFe}_{12-x}\text{Zn}_x\text{O}_{19}$) terbesar pada konsentrasi $x = 0,6$ dengan temperatur kalsinasi 100°C [1], serta pada Barium Heksaferrit ($\text{BaFe}_{12-2x}\text{Co}_x\text{Zn}_x\text{O}_{19}$) dengan metode kopresipitasi pada variasi konsentrasi ion doping Co/Zn dan menghasilkan prosentase Barium Heksaferrit terbesar pada konsentrasi $x = 0,4$ dengan temperatur kalsinasi 270°C dan substitusi ion doping tersebut tidak merubah struktur kristal Barium Heksaferrit [2]. Pada penelitian yang lain, telah berhasil

mensintesis Barium Heksaferrit ($\text{BaFe}_{12-2x}\text{Co}_x\text{Zn}_x\text{O}_{19}$) dengan metode kopresipitasi pada variasi konsentrasi ion doping Co/Zn dan menghasilkan prosentase Barium Heksaferrit terbesar 83,19% pada konsentrasi $x = 0,4$ dengan temperatur kalsinasi 270°C yang mempunyai nilai koersivitas (H_c) sebesar $0,02\text{ T}$ dan magnetisasi remanensi sebesar $0,5\text{ emu/gr}$ [3].

Barium M-Heksaferrit ($\text{BaFe}_{12}\text{O}_{19}$) dikenal sebagai magnet permanen dengan struktur heksagonal yang sesuai dengan *space group* $P\ 63/mmc$ (Smith, 1959). Struktur $\text{BaFe}_{12}\text{O}_{19}$ memanjang ke arah sumbu z karena berisi 64 atom dengan $a=b=5,89\text{ \AA}$ dan $c=23,2\text{ \AA}$. Ion-ion Ba^{+2} dan O^{-2} memiliki ukuran atom yang hampir sama yaitu $\text{Ba}^{+2} = 0,135$ dan $\text{O}^{-2} = 0,138$, keduanya bersifat non magnetik. Sedangkan ion Fe^{+3} bersifat magnet dengan jari-jari ionik $0,064$ dan ion Fe^{+2} memiliki jari-jari ionik $0,074$ yang menempati posisi intertisi [4].

Pada penelitian ini akan disintesis serbuk Barium Heksaferrit ($\text{BaFe}_{12-2x}\text{Zn}_x\text{O}_{19}$) ditinjau dari sifat magnetnya dengan memvariasikan temperatur rendah. Sintesis dilakukan dengan metode kopresipitasi dan dengan mendoping ion Zn pada variabel $x = 0,6$. Serbuk Barium M-Heksaferrit nantinya akan dikarakterisasi dengan SEM-EDX (*Scanning Electron Microscopy*) untuk mengetahui morfologi sampel dan VSM (*Vibrating Sample Magnetometer*) untuk mengetahui sifat kemagnetannya. Untuk mengidentifikasi fasa yang terbentuk digunakan XRD (*X-Ray Diffractometer*) dan digunakan uji DSC/TGA (*Differential Scanning Calorimetry/ Thermogravimetric Analyzer*) untuk mengetahui *heat flow* dari material. Diharapkan dalam penelitian ini mampu memberikan kontribusi dalam penelitian tentang Barium Heksaferrit dan juga dalam pengembangan material antiradar dan aplikasi lainnya.

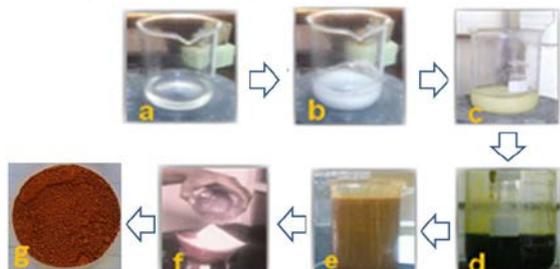
II. METODOLOGI PENELITIAN

A. Metodologi Penelitian

Serbuk Barium M-Heksaferrit dibuat dengan metode kopresipitasi. Bahan dasar yang digunakan yaitu Barium karbonat (BaCO_3), *Iron (III) Chloride Hexahydrate* ($\text{FeCl}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$), serbuk Zn, HCl $12,063\text{M}$, NH_4OH $6,5\text{M}$ dan aquades.

Sintesis serbuk Barium M-Heksaferrit dengan

menggunakan konsentrasi perhitungan variabel $x = 0,6$ pada $BaFe_{12-x}Zn_xO_{19}$. Langkah pertama, melarutkan $BaCO_3$, Zn dan $FeCl_3 \cdot H_2O$ dalam HCl. Larutan di aduk dengan magnetik stirrer hingga homogen dan berwarna orange kecoklatan kemudian larutan diendapkan dengan NH_4OH hingga berbentuk seperti pasta. Larutan dibiarkan mengendapkan dan disaring hingga $pH = 7$. Proses sintesis Barium M-Heksaferrit doping Zn dengan metode kopresipitasi yang ditunjukkan pada gambar 1.



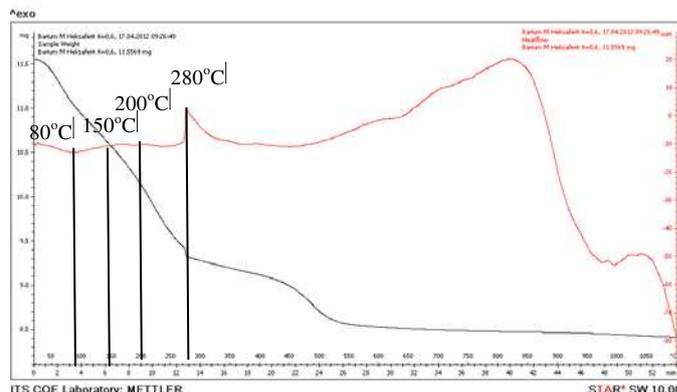
Gambar 1. Proses sintesis prekursor serbuk Barium M-Heksaferrit (a) larutan HCl; (b) serbuk Zn dan $BaCO_3$ dalam larutan HCl; (c) serbuk Zn dan $BaCO_3$ yang tercampur homogen; (d) serbuk Zn, $BaCO_3$ dan larutan $FeCl_3 \cdot H_2O$ dalam larutan HCl; (e) pembilasan dengan aquades; (f) penyaringan dengan kertas saring; (g) serbuk prekursor Barium M-Heksaferrit.

Material hasil endapan kemudian *didrying* pada temperatur $80^\circ C$ selama 4 jam, kemudian dihaluskan dengan cawan mortar. Prekursor dikarakterisasi dengan uji DSC/TGA untuk mengetahui temperatur terjadinya perubahan fasa kemudian sampel di kalsinasi pada variasi temperatur rendah yaitu $80^\circ C$, $150^\circ C$, $200^\circ C$ dan $280^\circ C$ selama 4 jam. Kemudian untuk mengidentifikasi fasa yang terbentuk dilakukan XRD, data hasil XRD dianalisis dengan software *Ekspert High Score Plus* (HSP). Kemudian diuji SEM-EDX (*Scanning Electron Microscope-Energy Dispersive X-Ray*) untuk mengetahui mikrosrukturnya dan untuk mengetahui sifat kemagnetannya digunakan VSM (*Vibrating Sample Magnetometer*).

III. HASIL DAN PEMBAHASAN

A. Karakterisasi Transformasi Fasa

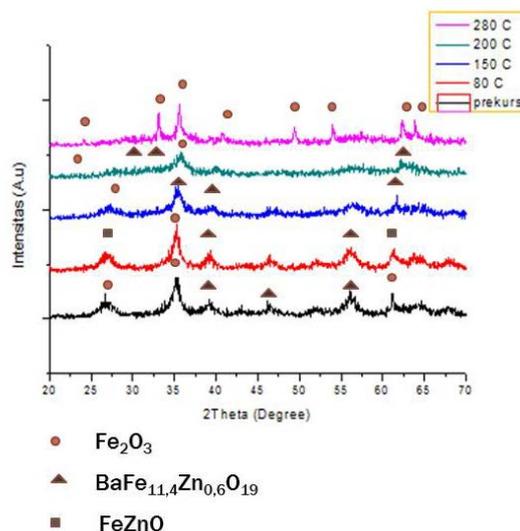
Fenomena transformasi fasa dapat diidentifikasi menggunakan DSC/TGA (*Differential Scanning Calorimetr/ Thermogravimetric Analyze*). Dengan DSC/TGA dapat melihat *heat flow* dan penurunan massa dari tinjauan thermal. Selain itu dari data DSC dapat melihat kapan terjadi transformasi fasa dari gejala reaksi eksotermik dan reaksi endotermik. Pada gambar 2 menunjukkan adanya reaksi eksotermik dan reaksi endotermik. Pada temperatur $80^\circ C$ menunjukkan adanya reaksi endotermik, dan temperatur $150^\circ C$, $200^\circ C$ dan $280^\circ C$ menunjukkan adanya reaksi eksotermik. Temperatur tersebut diidentifikasi adanya perubahan fasa. Berikut ini data yang diperoleh dari pengujian DSC/TGA pada gambar 2.



Gambar 2. Kurva DSC/TGA prekursor Barium M-Heksaferrit

B. Identifikasi Fasa Barium M-Heksaferrit

Berdasarkan temperatur kalsinasi sesuai dengan pengujian DSC/TGA dapat ditindaklanjuti dengan pengujian XRD untuk mengetahui fasa yang terbentuk pada temperatur kalsinasi tersebut. Pola difraksi yang diperoleh dianalisa dengan menggunakan software *Ekspert High Score Plus* (HSP). Pola difraksi yang terbentuk bisa dilihat dari gambar 3 sebagai berikut.



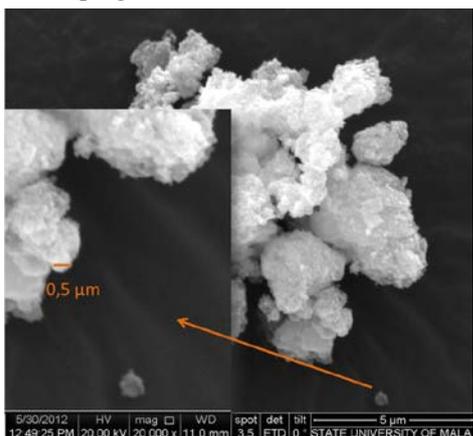
Gambar 3. Pola difraksi pada prekursor, temperatur kalsinasi $80^\circ C$, $150^\circ C$, $200^\circ C$ dan $280^\circ C$

Tabel 1. Persentase fraksi volume serbuk Barium M-Heksaferrit dengan menggunakan software HSP

Perlakuan	BaM (%)	Hematit (%)	Fasa Lain (%)
Prekursor	23,36	76,64	0
80C	26,97	38,37	34,65
150C	72,54	8,96	18,49
200C	28,98	71,02	0
280C	0	100	0

C. Analisis Mikrostruktur

Analisa mikrostruktur serbuk Barium M-Heksaferrit menggunakan pengujian SEM (Scanning Electron Microscopy) adalah suatu alat yang digunakan untuk mengetahui morfologi atau struktur mikro permukaan dari zat padat. Alat ini dilengkapi dengan detektor dispersi energi (EDX) sehingga dapat digunakan untuk mengetahui komposisi elemen-elemen pada sampel yang dianalisis. Adapun tujuan SEM-EDX dalam penelitian ini adalah untuk mengetahui kegradulaan struktur mikro dan komposisi unsur dalam serbuk Barium M-Heksaferrit doping ion



Gambar 4. Morfologi serbuk Barium M-Heksaferrit pada pemanasan 150°C

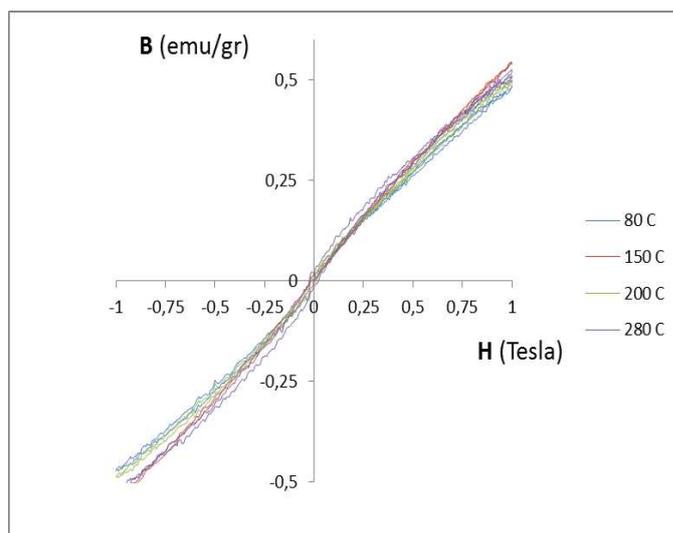
Hasil SEM pada gambar di atas terlihat bahwa ukuran partikel dalam serbuk Barium M-Heksaferrit berukuran mikrometer, yaitu sebesar 0,5 μm.

Tabel 2. Wt% dan At% serbuk Barium M-Heksaferrit

Element	Wt%	At%
CK	16.95	33.88
OK	27.72	41.60
CIK	04.47	03.02
BaL	00.81	00.14
FeK	47.41	20.38
ZnK	02.64	00.97
Matrix	Correction	ZAF

D. Analisa Sifat Kemagnetan Barium M-Heksaferrit

Sifat kemagnetan Barium M-Heksaferrit dapat diidentifikasi dengan pengujian VSM (Vibrating Sample Magnetometer). Besarnya sifat magnet suatu bahan dapat diketahui melalui kurva histerisis, dari kurva histerisis tersebut dapat diketahui magnetisasi remanensi (Mr) dan medan koersivitas (Hc). Pada pengujian ini menggunakan besar magnetisasi sebesar 1 gauss sehingga tidak mampu untuk mengetahui magnetisasi saturasi (Ms) sampel. Pada kurva histerisis berikut juga dapat diketahui magnetisasi tertingginya. Berikut adalah kurva histerisis pada prekursor, temperatur kalsinasi 80°C, 150°C, 200°C dan 280°C.



Gambar 5. Kurva histerisis serbuk Barium M-Heksaferrit pada temperatur 80°C, 150°C, 200°C dan 280°C

Tabel 3. Perbedaan sifat magnetik yang ditinjau dari kurva histerisis

JENIS	Mr (emu/gr)	Hc (Tesla)	M _{max} (emu/gr)
Prekursor	0,005	0,013	0,4
80°C	0,01	0,011	0,49
150°C	0,01	0,008	0,55
200°C	0,01	0,011	0,5
280°C	0,012	0,023	0,53

IV. KESIMPULAN/RINGKASAN

Temperatur kalsinasi sangat berpengaruh terhadap pembentukan serbuk Barium M-Heksaferrit yang disintesis dengan metode kopresipitasi dan diperoleh fraksi volume terbesar fasa Barium M-Heksaferrit yaitu pada temperatur kalsinasi 150°C sebesar 72,54%. Tersubstitusinya ion Zn pada serbuk Barium M-heksaferrit mempengaruhi sifat magnetik bahan. Kurva histerisis bahan serbuk Barium M-Heksaferrit dengan temperatur kalsinasi 150°C, menunjukkan sifat *softmagnetic* dengan magnetisasi remanensi (Mr) sebesar 0,01 emu/gr, medan koersivitas (Hc) sebesar 0,00825 Tesla dan mempunyai magnetisasi tertinggi terjadi ketika medan koersivitas (Hc) sebesar 1 Tesla dengan magnetisasi sebesar 0,55 emu/gr.

DAFTAR PUSTAKA

[1] Dian Yuliana, "Pengaruh Variasi Temperatur Terhadap Pembentukan Struktur Kristal Barium M-Heksaferrit Tersubstitusi Ion Dopan Zn," Tesis, Jurusan Fisika, Institut Teknologi Sepuluh Nopember, Surabaya (2011).
 [2] Dwi Pangga. 2011. Pengaruh substitusi Ion Dopan Co/Zn Terhadap Struktur Kristal Barium M-Heksaferrit (BaFe_{12-2x}Co_xZn_{0.19}), Tesis, Jurusan Fisika, Institut Teknologi Sepuluh Nopember, Surabaya (2011).
 [3] Linda S, "Pengaruh Ion Doping Co/Zn Terhadap Sifat Kemagnetan Barium M-Heksaferrit BaFe_{12-2x}Co_xZn_{0.19}," Tugas Akhir, Jurusan Fisika, Institut Teknologi Sepuluh Nopember, Surabaya (2011).
 [4] Lawrence Van Vlack, *Elemen-elemen Ilmu dan Rekayasa Material*, Jakarta: Erlangga (2004).