

Pengaruh Variasi pH Pelarut HCl Pada Sintesis Barium M-Heksaferrit Dengan Doping Zn ($\text{BaFe}_{11,4}\text{Zn}_{0,6}\text{O}_{19}$) Menggunakan Metode Kopresipitasi

Inayati Nur Saidah, dan M. Zainuri

Jurusan Fisika, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Institut Teknologi Sepuluh Nopember (ITS)
Jl. Arief Rahman Hakim, Surabaya 60111

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

Abstrak— Telah dilakukan penelitian mengenai pengaruh variasi pH pelarut HCl pada sintesis barium M-heksaferrit dengan doping Zn ($\text{BaFe}_{11,4}\text{Zn}_{0,6}\text{O}_{19}$) menggunakan metode kopresipitasi. Metode kopresipitasi sederhana dilakukan untuk mensintesis serbuk barium M-heksaferrit $\text{BaFe}_{11,4}\text{Zn}_{0,6}\text{O}_{19}$. Eksperimen dilakukan dengan mengontrol pH HCl dengan variasi nilai pH= 1; 2; 3; 4 dan dilakukan drying dengan $T=80^\circ\text{C}$ dan dikalsinasi pada $T=150^\circ\text{C}$. Proses heat treatment tersebut di holding time selama 4 jam. Serbuk barium M-heksaferrit $\text{BaFe}_{11,4}\text{Zn}_{0,6}\text{O}_{19}$ dikarakterisasi dengan DSC/TGA, XRD, SEM, dan VSM. Fasa barium M-hexaferrite $\text{BaFe}_{11,4}\text{Zn}_{0,6}\text{O}_{19}$ terbesar terdapat pada nilai pH=1 pada temperatur kalsinasi 150°C selama 4 jam sebesar 83,98% mempunyai nilai koersivitas (Hc) sebesar 0,0178T, magnetisasi remanensi sebesar 3,113 emu/gram dan magnetisasi saturasi (Ms) maksimum sebesar 25,50 emu/gram. Gambaran foto SEM – EDX dari prekursor $\text{BaFe}_{11,4}\text{Zn}_{0,6}\text{O}_{19}$ pada temperatur kalsinasi 150°C memperlihatkan bahwa elemen dari barium M-heksaferrit adalah Ba, Fe, Zn, O dan ukuran partikelnya adalah $1\ \mu\text{m}$ serta ukuran kristal adalah 38,202nm.

Kata Kunci— barium M-heksaferrit, pH, kopresipitasi, DSC/TGA, XRD, SEM, VSM

I. PENDAHULUAN

BARium heksaferrit dengan struktur heksagonal ($\text{BaFe}_{12}\text{O}_{19}$) telah dikenal sebagai material magnetik permanen yang memiliki *high - performance*, secara teoritis mempunyai anisotropi kristalin magnet yang cukup besar, koersivitas tinggi (6700 Oe), temperatur Curie (450°C), magnetisasi saturasi yang relatif besar (78 emu/g), kestabilan kimiawi yg baik, dan tahan korosi [1]. Barium hexaferrit memiliki saturasi magnetisasi (tingkat kejenuhan sifat magnetik) dan koersivitas intrinsiknya (kekuatan medan magnetik) juga sangat tinggi, menyebabkan sifat anisotropik material semakin meningkat menyebabkan sifat absorpsinya menjadi semakin lemah sehingga sulit digunakan sebagai media perekam magnetik. Untuk mengatasi masalah tersebut, ion besi dalam fasa-M bisa disubstitusi dengan kation logam lain yang ukurannya hampir sama (Al^{3+} , Ga^{3+} , Co^{2+} , Ti^{4+} , Zn^{2+}) [2].

Penambahan ion dopan Zn diharapkan dapat mereduksi sifat anisotropik magnetik dari barium M-hexaferrit $\text{BaFe}_{12-x}\text{Zn}_x\text{O}_{19}$, sebagai akibat dari dikacaukannya arah

momen magnet oleh munculnya ion substitusional hingga domainnya menjadi random. Selain itu, tingginya nilai medan koersivitas bisa diturunkan dengan membuat ukuran serbuk (butir) mencapai orde nano. Interaksi antar butir efektif untuk ukuran butir $< 380\ \text{nm}$ memberikan implikasi terhadap ketiga sifat kemagnetan dasar yaitu magnetisasi remanen, medan koersivitas, dan produk energi maksimum.. Berdasarkan uraian di atas, maka pada penelitian ini material barium heksaferrit disintesis dengan metode kopresipitasi untuk membentuk struktur barium M-heksaferrit dengan cara mensubstitusi ion dopan Zn^{2+} sehingga diperoleh komposisi struktur kristalnya. Zn^{2+} merupakan ion diamagnetik yang akan disubstitusikan dalam struktur M-heksaferrit untuk menggantikan ion Fe^{3+} . Substitusi ini memungkinkan karena dimensi ion Zn^{2+} (jari-jari ionik = 0,074 nm) mirip dengan dimensi Fe^{3+} (jari-jari ionik = 0,065 nm). Dengan demikian pensubstitusian ion doping Zn^{2+} terhadap Fe^{3+} diharapkan tidak merubah struktur kristalnya dan untuk menurunkan sifat kemagnetannya.

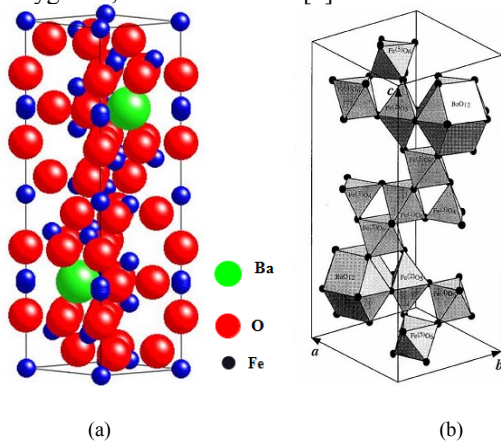
Mengacu dari hasil penelitian sebelumnya komposisi fasa terbaik $\text{BaFe}_{12-x}\text{Zn}_x\text{O}_{19}$ diperoleh pada substitusi ion dopan Zn dengan konsentrasi ($x=0,6$) pada pemanasan $T=100^\circ\text{C}$ dengan persentase terbentuknya barium M-hexaferrit sebesar 91,99% [3], sehingga pada penelitian ini menggunakan konsentrasi ion dopan ($x=0,6$) yang selanjutnya disebut ($\text{BaFe}_{11,4}\text{Zn}_{0,6}\text{O}_{19}$). Homogenitas ion dari Ba^{2+} dan Fe^{3+} dalam suatu campuran adalah faktor kunci adanya transformasi fasa dari barium *hexaferrite* yang mana bentuk kompleks dari ion metal dengan pelarut asam. Konsentrasi relatif dari Ba^{2+} dan Fe^{3+} pada proses kelarutan tergantung dari rata-rata variasi pH yang digunakan [4]. Seperti kita ketahui, banyak faktor yang mempengaruhi karakteristik dari BAM, seperti metode sintesis, perbandingan dari ion Fe^{3+} dan Ba^{2+} , perbandingan molar dari larutan asam terhadap ion logam, pH pada awal pelarutan, temperatur *anneal*, dan lain-lain [5]. Oleh karena itu, sintesis dilakukan dengan memvariasikan pH pelarutnya yaitu asam klorida. Sampel yang sudah disintesis tersebut akan dikarakterisasi sehingga diketahui perubahan fasa, identifikasi fasa, mikrostruktur, dan sifat magnetiknya.

II. TINJAUAN PUSTAKA

A. Barium M-Hexaferrit ($\text{BaFe}_{12}\text{O}_{19}$)

Ferrite merupakan kelompok terpenting dari material ferrimagnetik. Sifat ferrimagnetik hampir sama dengan ferromagnetik, hanya saja tingkat magnetisasi saturasinya lebih rendah dari ferromagnetik. Material ferrimagnetik mengalami magnetisasi spontan pada temperatur kamar. Magnetisasi spontan ini akan hilang pada temperatur di atas temperatur Curie, dan menjadi paramagnetik. Pada umumnya ferrit dibagi menjadi tiga kelas yaitu ferit lunak, ferrit keras, dan ferrit berstruktur garnet [6]. Ferrit Lunak mempunyai formula $MeFe_2O_4$, dimana $Me = Cu, Zn, Ni, Co, Fe, Mn, Mg$ dengan struktur kristal seperti mineral spinel.

Barium Heksaferrit dengan stuktur heksagonal ($BaFe_{12}O_{19}$) telah dikenal sebagai material magnetik permanen yang memiliki *high - performance*, secara teoritis mempunyai anisotropi kristalin magnet yang cukup besar, koersivitas tinggi (6700 Oe), temperatur Curie tinggi (450 °C), magnetisasi saturasi yang relatif besar (78 emu/g), kestabilan kimiawi yg baik, dan tahan korosi [1].



Gambar 1. (a) perspektive dari unit cell $BaFe_{12}O_{19}$ tipe M (b) polyhedra dari unit cell $BaFe_{12}O_{19}$ tipe M, [7]

B. Sifat Kemagnetan Barium M-Hexaferrit

Material yang memiliki sifat ferromagnetik bukan merupakan senyawa, tetapi berupa unsur murni. Biasanya dimiliki oleh logam transisi seperti Fe, Co, Ni dan beberapa logam tanah jarang seperti Nd dan Sm. Ferrimagnetik merupakan senyawa, dimana momen magnetiknya berasal dari atom-atom ataupun ion-ion yang tidak saling menghilangkan secara sempurna. Momen magnetik yang dapat saling menghilangkan ini terjadi akibat dari terbentuknya persejajaran anti-paralel. Secara teori, barium M-hexaferrit memiliki magnetisasi saturasi (M_s) sebesar 72 emu/g, nilai medan koersivitas (Hc) sebesar 6.700 Oe dan temperatur Curie sebesar 450°C [8].

C. Pengaruh pH Terhadap Kereaktifan Ion

Ukuran, fase, dan morfologi produk akhir sintesis bergantung dari bagaimana partikel-partikel kristal dalam produk tersebut terbentuk. Sementara, proses pembentukan kristal ditentukan dipengaruhi beberapa parameter seperti: pH larutan, temperatur, durasi sintesis, dan konsentrasi larutan. Parameter yang selalu dibahas dalam berbagai penelitian adalah jumlah dan perbandingan konsentrasi ion-

ion reaktan, yaitu Ba^{2+} dan CO_3^{2-} [6,9]. Perbandingan kedua ion ini dinyatakan sebagai supersaturasi:

$$S \approx \sqrt{\frac{[Ba^{2+}][CO_3^{2-}]}{K_{sp}}} \tag{2.1}$$

dengan S dan K_{sp} adalah supersaturasi dan konstanta kelarutan produk.

Homogenitas dari ion Ba^{2+} dan Fe^{3+} dalam suatu campuran adalah faktor kunci adanya transformasi fasa dari barium hexaferrit yang mana bentuk kompleks dari ion metal dengan Asam klorida. Konsentrasi relatif dari Ba^{2+} dan Fe^{3+} pada proses kelarutan tergantung dari rata-rata variasi pH yang digunakan [4]. Seperti kita ketahui, banyak faktor yang mempengaruhi karakteristik dari BAM, seperti metode sintesis, perbandingan dari Fe dan Ba, perbandingan molar dari larutan asam terhadap ion logam, pH pada awal pelarutan, temperatur *anneal*, dan lain-lain [5]. Jumlah larutan yang terdiri dari pelarut (*solvent*) dan zat terlarut (*solute*) juga akan mempengaruhi kereaktifan ion. Kereaktifan logam tergantung pada kemudahannya untuk melepaskan elektron. Pada penelitian ini untuk membentuk Barium ferrit digunakan pelarut (*solvent*) yang digunakan adalah HCl sedangkan zat terlarut (*solute*) nya adalah $BaCO_3, Zn, FeCl_3 \cdot 6H_2O$. Apabila ion H^+ pada zat pelarut semakin banyak maka akan mudah mengikat ion pada zat terlarutnya. Sehingga Barium ferrit yang terbentuk juga akan semakin banyak. Apabila banyaknya *solute* yang melarut dalam pelarut yang banyaknya tertentu untuk menghasilkan suatu larutan jenuh disebut kelarutan (*solubility*) zat itu.

III. METODOLOGI PERCOBAAN

A. Peralatan dan Bahan

Peralatan yang dipakai dalam eksperimen ini antara lain adalah gelas beker, gelas ukur, pipet, spatula, *digital balance*, corong *buchner*, tissue, termometer, kertas saring, magnet permanen, aluminium foil, oven untuk pengeringan, *furnace* sebagai alat pemanas, kertas label, cawan mortar, pH meter, dan pengaduk magnetik (*hot plate dan magnetik stirrer*). Untuk mengidentifikasi adanya perubahan fasa digunakan *Thermal Analysis* (TA), *X-Ray Diffractometer* (XRD) untuk mengetahui perubahan fasanya kristal/fasa, *Transmission Electron Microscope* (TEM) untuk mengetahui mikrostruktur, dan *Vibrating Sample Magnetometer* (VSM) untuk mengetahui sifat kemagnetannya. Bahan utama yang digunakan dalam sintesis barium M-hexaferrit $BaFe_{11,4}Zn_{0,6}O_{19}$ adalah barium karbonat ($BaCO_3$), *Iron (III) Chloride Hexahidrate* ($FeCl_3 \cdot 6H_2O$), Zn, larutan HCl, NH_4OH dipakai dalam sintesis dengan metode kopresipitasi, dan aquades digunakan sebagai bahan pencuci dalam proses kopresipitasi.

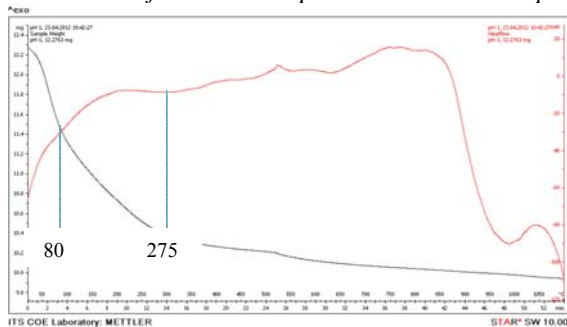
B. Skema Kerja Sintesis $BaFe_{11,4}Zn_{0,6}O_{19}$

Sintesis $BaFe_{11,4}Zn_{0,6}O_{19}$ dibuat dengan metode kopresipitasi. Zn (*powder*) dilarutkan dalam HCl *disirring* dalam *magnetic stirrer*. Untuk pH 1,2,3, dan 4 dilakukan proses pengenceran HCl dengan merubah molaritasnya sesuai

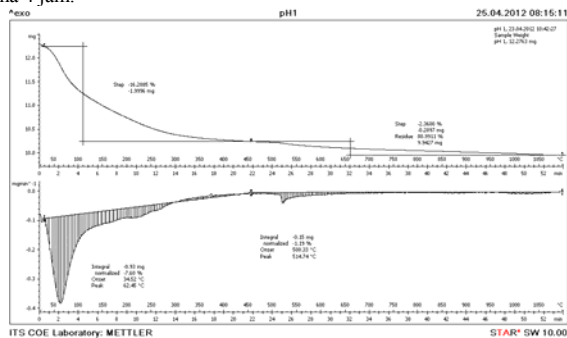
dengan pH yang akan divariasikan. Setelah larutan homogen ditambahkan barium karbonat ($BaCO_3$) sampai terlarut sempurna. Kemudian ditambahkan *Iron (III) Chloride Hexahidrate* ($FeCl_3 \cdot 6H_2O$) dan *distirring* hingga terlarut sempurna. Kemudian ditambahkan larutan pengendap NH_4OH dengan buret sehingga endapan diperoleh dengan homogenitas yang tinggi. Kemudian sampel didinginkan dan dicuci dengan aquades dan disaring dengan kertas saring hingga pH netral ($pH = 7$). Material hasil endapan ini dikeringkan. Setelah kering, endapan tersebut ditumbuk dengan menggunakan cawan mortar sehingga berbentuk serbuk kecoklatan. Kemudian dilakukan pengujian *Thermal Analysis* (TA) untuk mengetahui adanya perubahan fasa pada sampel, *X-Ray Diffractometer* (XRD) untuk mengetahui perubahan fasanya kristal/fasa, *Transmission Electron Microscope* (TEM) untuk mengetahui mikrostruktur, dan *Vibrating Sample Magnetometer* (VSM) untuk mengetahui sifat kemagnetannya.

IV. ANALISA DATA DAN PEMBAHASAN

A. Analisa Transformasi Fasa pada kurva DSC/TGA pH 1



Gambar 2. Grafik DSC/TGA $BaFe_{11,4}Zn_{0,6}O_{19}$ pada $pH = 1$ dengan $T = 80^\circ C$ selama 4 jam.



Gambar 3. Kurva TGA dan turunan pertama dari kurva $BaFe_{11,4}Zn_{0,6}O_{19}$ pada $pH = 1$ dengan $T = 80^\circ C$

Penurunan massa ini bisa juga menunjukkan adanya reaksi kimia yaitu hilangnya senyawa-senyawa oksalat yang terlarut pada saat proses kopresipitasi untuk membentuk fasa yang lebih stabil. Selain itu terjadi proses kristalisasi yang menyebabkan sejumlah ikatan terlepas dan hilang sehingga terjadi reduksi massa. Pada rentang $460^\circ C \leq T \leq 660^\circ C$ terjadi penurunan massa kembali pada kurva TGA sebesar 2,359% yang diikuti dengan gejala endotermis pada kurva DSC. Pada fenomena penurunan massa yang kedua ini menurut Suasmoro (2000)^{[7][8]}, dimungkinkan terjadinya dekarbonasi dan pelepasan CO_2 . Menurut Rosler (2003)^[6], disebabkan oleh oksidasi lambat dari beberapa karbon selama

dekomposisi. Dari tinjauan sebelumnya, fenomena penurunan massa yang pertama disertai dengan proses endotermik yang disebabkan oleh hilangnya semua kandungan gas pada material serta terserapnya energi untuk memutuskan ikatan pada $BaFe_{11,4}Zn_{0,6}O_{19}$ ($BaO \cdot 6Fe_2O_3$) menjadi BaO dan $6Fe_2O_3$. Sedangkan fasa BaO tidak terdeteksi oleh XRD, karena persentasenya jauh lebih rendah dibandingkan dengan Fe_2O_3 .

Pada $T \geq 660^\circ C$ sudah tidak terjadi penurunan massa atau kenaikan massa pada kurva TGA. Hal ini dikarenakan tidak ada perbedaan panas yang mengalir ke sampel dan referen (pembanding). Artinya pada suhu ini sudah tercapai fasa yang stabil, sehingga pada kondisi ini tidak terjadi reduksi massa atau kenaikan massa. Berdasarkan analisa di atas, pemilihan suhu *drying* adalah $80^\circ C$ karena pada suhu ini terjadi penurunan massa yang sangat tajam pada kurva TGA dan gejala endotermik pada DSC. Suhu kalsinasi sampel berada pada *range* $120^\circ C - 660^\circ C$ tujuannya untuk menghilangkan senyawa-senyawa yang tidak dikehendaki seperti kandungan air, garam, atau oksida ($BaCl_2$ dan BaO) pada proses kopresipitasi dan ukuran partikel yang homogen. Sehingga yang terbentuk fasa BaM ($BaFe_{11,4}Zn_{0,6}O_{19}$) terbanyak

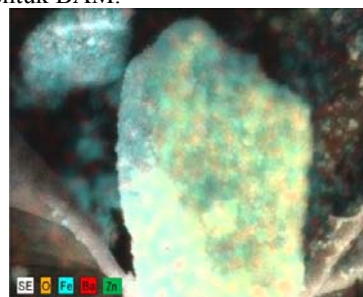
B. Analisis Mikrostruktur Fasa Barium M-Heksaferit ($BaFe_{11,4}Zn_{0,6}O_{19}$) dengan SEM

Tabel 4.1

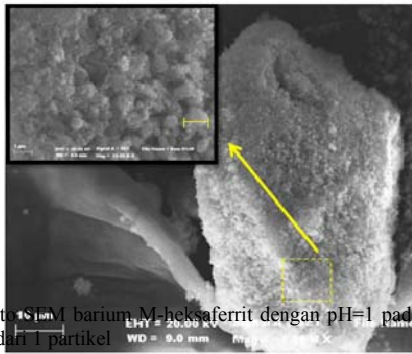
Hasil Elemen- Elemen EDX dari BaM

Spectrum: Acquisition 715						
El	AN	Series	unn. [wt.%]	norm. [wt.%]	C Atom. [at.%]	C Error [%]
O	8	K-series	81.19	81.19	93.90	1.4
Fe	26	K-series	17.16	17.16	5.68	0.5
Zn	30	K-series	1.32	1.32	0.37	0.1
Ba	56	L-series	0.33	0.33	0.04	0.0
Total:			100.00	100.00	100.00	

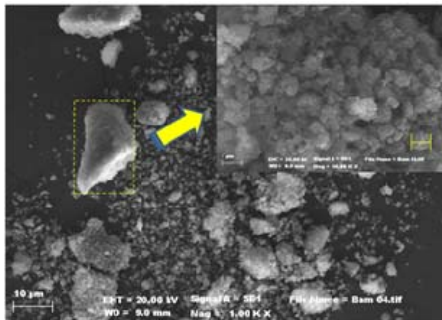
Untuk mengetahui secara kualitatif dan kuantitatif elemen-elemen sebaran yang terkandung pada material Barium M-Heksaferit ($BaFe_{11,4}Zn_{0,6}O_{19}$) dapat dilakukan dengan analisa SEM-EDX. Tabel 4.1 menunjukkan kandungan dari elemen-elemen penyusun utama BAM mengandung elemen utama Fe, Ba, dan O. Berdasarkan pengamatan *backscatter* (warna) oranye (O), merah (Ba), biru (Fe), dan hijau (Zn) dimana material tersebut menyebar merata, yang merupakan elemen utama pembentuk BAM.



Gambar 4 Hasil *backscatter* dari BAM



Gambar 5. Foto SEM barium M-heksaferrit dengan pH=1 pada suhu 150 °C yang diambil dari 1 partikel



Gambar 6. Foto SEM barium M-heksaferrit dengan pH=1 pada suhu 150 °C yang diambil dari partikel yang bergerombol

Berdasarkan Gambar (4) dan (5) terlihat bahwa dengan perbesaran yang sama (10.000 kali) ukuran serbuk dari hasil foto SEM masih sulit ditentukan karena dimensi partikel serbuk barium M-hexaferrit dalam penelitian ini telah mencapai orde nano. Gambaran foto SEM prekursor $BaFe_{11,4}Zn_{0,6}O_{19}$ menunjukkan distribusi ukuran partikel yang serupa dengan ukuran kristal hasil XRD dengan ukuran yang mencapai orde nm. Dari distribusi ukuran partikel pada Gambar 4.4 dan 4.5, maka dapat dikatakan bahwa material ini termasuk nanomaterial. Ini sangat penting karena ketika dimensi material menuju nilai beberapa nanometer, banyak sifat fisis maupun kimiawi yang bergantung pada ukuran. Ini menghasilkan sejumlah kekayaan sifat dan peluang memanipulasi atau menggenerasi sifat-sifat baru yang tidak dijumpai pada material ukuran besar (*bulk*). Berdasarkan foto SEM Gambar (5) dan (6) juga terlihat dengan jelas bahwa struktur partikel mengikuti struktur material dasar dari kristalnya ($BaFe_{12}O_{19}$) yaitu dipastikan heksagonal dengan sumbu $a = b \neq c$, $\alpha = \beta = 90$ dan $\gamma = 120$. Berdasar Gambar (5) dan (6) terlihat mikrostruktur pada pH 1 bentuk partikelnya ada yang bulat dan ada yang lebih memanjang. Hal ini bersesuaian dengan hasil analisis XRD yang menunjukkan bahwa Gambar 4.12 dan 4.13 merupakan fasa hematit dan barium M-hexaferrit. Adanya perbedaan fasa tersebut menyebabkan mikrostruktur pada Gambar 4.12 dan 4.13 cenderung memanjang karena parameter kisi barium M-hexaferrit memiliki sumbu c yang jauh lebih panjang dibandingkan sumbu a dan b yaitu $c = 23,183 \text{ \AA}$ dan $a = b = 5,892 \text{ \AA}$. Berdasar Gambar 4.12 dan Gambar 4.13 terlihat dengan jelas bahwa partikelnya bergerombol. Hal tersebut disebabkan masih rendahnya temperatur kalsinasi pada prekursor ini ($T = 150^\circ\text{C}$) sehingga masih belum terbentuk *liquid bridge* akibat proses difusi atomik. Tabel 4.2 adalah

hasil perhitungan ukuran kristal prekursor $BaFe_{11,4}Zn_{0,6}O_{19}$ yang dipanaskan dengan temperatur *drying* 80°C .

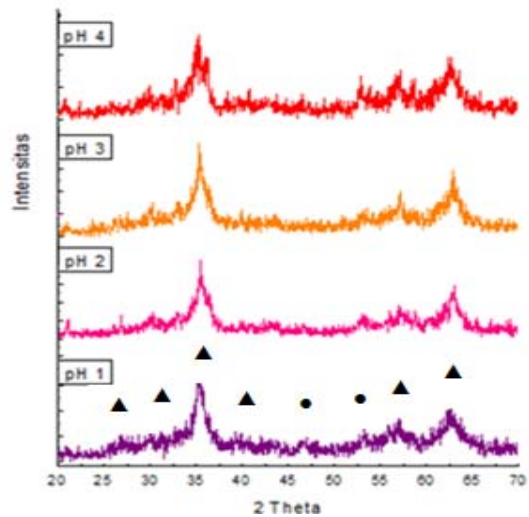
Tabel 1

Hasil Perhitungan Ukuran Kristal Prekursor $BaFe_{11,4}Zn_{0,6}O_{19}$ (BaM) pada pH =1-4 dengan Suhu Kalsinasi $T = 150^\circ\text{C}$.

pH	D (nm)	
	Fe_2O_3 (Hematit)	BaM
1	27,493	38,202
2	24,771229	32,65525
3	16,69068	42,69068
4	10,07425	43,05006

Dari data FWHM dapat diperoleh informasi bahwa ukuran kristal BaM ($BaFe_{11,4}Zn_{0,6}O_{19}$) mengalami peningkatan ukuran kristal seiring dengan bertambahnya temperatur. Peningkatan dimensi partikel tersebut disebabkan oleh terbentuknya *liquid bridge* antar partikel sebagai akibat dari meningkatnya difusi atomik antar permukaan partikel karena pertambahan daya dorong (*driving force*) sehingga partikel akan menjadi lebih besar.

C. Identifikasi Kuantitatif dan Kualitatif Fasa Barium M-Hexaferrit ($BaFe_{11,4}Zn_{0,6}O_{19}$)



Gambar 7 Pola difraksi XRD pada $T=150^\circ\text{C}$ untuk variasi pH=1; 2; 3; dan 4 selama 4 jam.

Dari penggabungan pola difraksi yang terbentuk di $T=80^\circ$ dan $T=150^\circ\text{C}$ bentuk pola difraksinya masih kasar dengan bentuk puncak yang cenderung melebar mengidentifikasi ukuran butir sudah dalam orde nano yang ditunjukkan pada Gambar (7) pada pola XRD diatas pada $T=150^\circ$ mengalami pergeseran puncak yang semakin ke kanan meskipun selisihnya sangat kecil. Hal tersebut disebabkan substitusi ion doping Zn sangat kecil, sehingga keberadaannya tidak terdeteksi oleh XRD. Selain itu, kehadiran ion dopan Zn tidak akan menyebabkan munculnya fasa baru karena ion Zn menggantikan posisi Fe. Jadi pergeseran puncak yang ke kanan tersebut menunjukkan bahwa terjadi substitusi ion menggantikan posisi Fe.

Prekursor BaM yang di *drying* pada temperatur 80°C masih terdapat fasa garam dan fasa oksida seperti BaO dan BaCl. Pada pH yang semakin asam, terbentuk banyak BaM sebesar 83,98%. Hal ini bisa disebabkan fasa garam (BaO)

bertransformasi menjadi fasa BaM. Selain itu juga pada pH yang semakin asam kepolaran pelarut HCl juga semakin kuat karena kandungan ion Hidrogen (H⁺) semakin banyak. Ion H⁺ akan berikatan dengan CO₃²⁻ dan ion Cl⁻ dari zat terlarut yang bermuatan ion positif. Sedangkan ion Cl⁻ akan berikatan dengan ion Ba²⁺, Zn²⁺, Fe³⁺. Dari reaksi antar ion tersebut fasa BaM sudah bisa dihasilkan. Karena ion H⁺ pada pH=1 jauh lebih banyak bila dibandingkan dengan ion pada pH=4. Karena molaritas pada pH=1 jauh lebih besar bila dibandingkan pada pH=4. Sehingga pada pH=1 bisa menghasilkan fasa BaM jauh lebih banyak bila dibandingkan dengan pH=1.

Prosentase fasa barium M-heksaferrit yang dipanaskan pada suhu 80°C pada pH 1; 2; 3 dan 4 secara berturut turut adalah 48,15%; 50,76%; 63,18%; dan 78,76%. Prosentase fasa barium M-heksaferrit yang dipanaskan pada suhu 150°C pada pH 1; 2; 3 dan 4 secara berturut turut adalah 83,98%; 79,89%; 53,52%, dan 26,59%. Prosentase tersebut dapat dilihat pada (Tabel 2).

Tabel 2

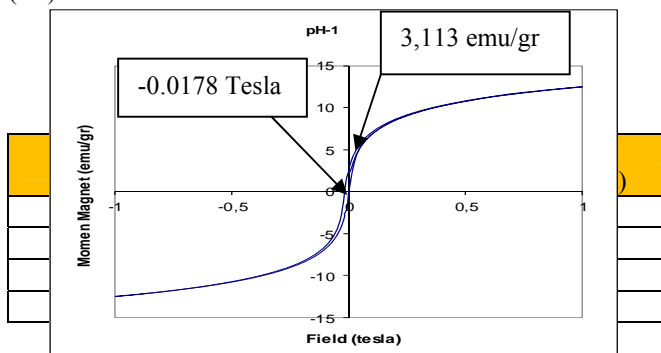
Hasil Prosentase Barium M-Hexaferrite pada Konsentrasi 0,6 pada Variasi pH 1, 2, 3, dan 4 dengan X'pert High Score Plus pada T=150°C Selama 4 Jam

pH	T=150°C	
	% BaM	% Fe ₂ O ₃
1	83.98	16.01
2	79.89	20.10
3	53.52	46.47
4	26.59	73.41

Pemilihan suhu 150°C didasarkan pada hasil uji DSC/TGA. Pemanasan pada suhu T=150°C ini bertujuan agar senyawa-senyawa yang tidak dikehendaki/ pengotor seperti kandungan air, garam, atau oksida (BaCl₂ dan BaO) pada proses kopresipitasi hilang dan mendapatkan ukuran partikel yang homogen. Selain itu, peningkatan temperatur pemansan menyebabkan terputusnya ikatan pada heksaferrit (BaFe₁₂O₁₉ atau BaO.6Fe₂O₃) menjadi BaO dan Fe₂O₃.

D. Identifikasi Kurva Histeresis dengan VSM

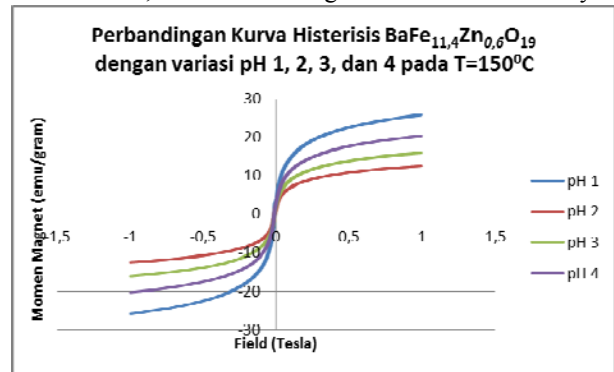
Untuk mengetahui sifat kemagnetan barium M-heksaferrit, maka akan dilakukan pengukuran kurva histeresis dengan peralatan *Vibrating Sample Magnetometer* (VSM). Besarnya sifat magnet suatu bahan dapat diketahui melalui kurva histeresis di bawah ini, dari kurva tersebut dapat diketahui besarnya magnetisasi remanen (Mr), dan koersivitas (Hc).



LAMPIRAN

Gambar 8 kurva histeresis untuk sampel uji dengan pH=1 pada suhu T=150 °C.

Berdasar Gambar 8 diatas dapat dilihat bahwa kurva histeresis sampel tersebut memiliki lebar kurva yang sempit. Adanya penyempitan lebar kurva disebabkan pada sampel tersebut struktur kristalnya tidak hanya BaM saja tetapi terdapat Fe₂O₃. Berdasar Gambar 8 tampak bahwa kurva yang dibentuk adalah *soft magnetic* dengan nilai -Hc yang diperoleh yaitu sekitar 0,0178 T. Sedangkan nilai remanensi yang



diperoleh yaitu 2,182 emu/gram. Begitu juga untuk pengujian sifat magnet untuk pH 2,3 dan 4.

Gambar 9 Kurva histeresis BaFe_{11,4}Zn_{0,6}O₁₉ with variasi pH = 1,0–4,0.

Berdasar Gambar 8 menunjukkan magnetisasi remanensi terbesar dari keempat variasi pH, terdapat pada pH 1, dimana pada pH 1 cenderung mempunyai sifat kemagnetan paling besar karena mempunyai nilai magnetisasi remanensi sebesar 3,113 emu/g sehingga ketika medan luar dihilangkan, masih terdapat magnetisasi remanensi yang cukup besar, sedangkan untuk medan koersivitas terbesar terdapat pada pH=4 yaitu 0,0018 T.

Faktor struktur kristal memberikan pengaruh yang sangat signifikan terhadap sifat-sifat magnet permanen. Nilai Hc juga dipengaruhi oleh kemurnian bahan baku, dan ukuran kristal yang berperan dalam menghambat pergerakan dinding domain. Semakin kecil ukuran kristal berarti semakin banyak batas antar kristal dan semakin banyak penghalang pergerakan dinding domain sehingga ketahanan terhadap medan demagnetisasi semakin besar yang berarti harga Hc semakin tinggi. Sebaliknya semakin besar ukuran kristal, dinding domain makin mudah bergerak sehingga ketahanan terhadap medan magnet demagnetisasi semakin kecil yang berarti harga Hc semakin kecil.

Tabel 3 Hasil Pengujian Sifat Magnet pada Suhu 150°C

Nilai koersivitas yang dihasilkan dari keempat sampel tersebut masih kecil. Hal ini dikarenakan pembuatan sampel

tersebut dilakukan dengan cara isotrop dimana pada proses pembentukan arah domain magnet partikel-partikelnya masih acak. Menurut Moulson A.J, et all (1985), magnet permanen isotropi memiliki sifat magnet atau remanensi magnet yang jauh lebih rendah dibandingkan dengan magnet permanen anisotropi. Dalam hal ini, dopan Zn diharapkan bisa mensubstitusi ion besi dan mengacak-ngacak arah domain sehingga medan koersivitas sampel tersebut berkurang. Dengan kehadiran ion Zn dalam stokiometri Barium M-Hexaferrite diharapkan dapat mengurangi kerugian pada saat energinya tinggi sehingga dapat mempermudah media perekam magnetik menjadi lebih lunak dan diharapkan dapat bersifat *soft magnetic*.

KESIMPULAN

1. Pada pH pelarut HCl yang semakin asam (pH=1) menghasilkan barium M-heksaferrit ($BaFe_{11,4}Zn_{0,6}O_{19}$) terbanyak pada $T = 150^{\circ}C$ selama 4 jam sebesar 83,98 %.
2. Berdasarkan analisis kurva DSC/TGA dan XRD proses kalsinasi pada $T = 150^{\circ}C$ selama 4 jam dengan pH semakin asam cenderung membentuk fasa barium M-heksaferrit $BaFe_{11,4}Zn_{0,6}O_{19}$ lebih banyak daripada fasa hematit (Fe_2O_3).
3. Nilai koersivitas (H_c) pada variasi pH yang berbeda berkisar antara 0,0145 tesla sampai 0,018 tesla, dan nilai Remanensi berkisar antara 2,803 emu/gram sampai 3,113 emu/gram. Besarnya koersivitas dan remanensi pada pH=1 dengan jumlah komposisi fasa barium M-heksaferrit terbanyak sebesar 83,98% pada temperatur $150^{\circ}C$ selama 4 jam sebagai bahan *soft magnetic* yaitu 0,0178 tesla dan 3,113 emu/gram serta mempunyai nilai magnetisasi tertinggi terjadi ketika nilai koersivitas (H_c) maksimum sebesar 25,50 emu/gram.
4. Semakin asam pH pelarut HCl maka ukuran kristal BaM semakin kecil namun seiring dengan kenaikan temperatur, dari $T = 80^{\circ}C$ ke $T = 150^{\circ}C$ ukuran kristal BaM akan semakin besar dari 13,069 nm menjadi 38,202 nm
5. Dari hasil uji SEM-EDX $BaFe_{11,4}Zn_{0,6}O_{19}$ (BaM) diperoleh elemen yang terkandung pada sampel yaitu Ba, Fe, Zn, dan O yang tersebar merata pada sampel BaM dan ukuran partikel mencapai $1 \mu m$ dengan perbesaran 10.000 kali.

DAFTAR PUSTAKA

- [1] Tang, Xin, (2005), *Influence of Synthesis Variables on The Phase Component and Magnetic Properties of M-Ba-Hexaferrite Powders Prepared Via Sugar- Nitrates Process*. Journal Of Material Science. ISSN 0022- 2461
- [2] Rosler S., Wartewig, P., dan Langbein, H., (2003), "Synthesis and Characterization of Hexagonal Ferrites $BaFe_{12-2x}Zn_xTi_xO_{19}$ ($0 \leq x \leq 2$) by Thermal Decomposition of Freeze-dried Precursors", Cryst. Res. Technol, Vol.38, No. 11, hal.927-934.
- [3] Yuliana, Dian, (2011), "Sintesis dan Karakterisasi Struktur Barium M-Heksaferrit Yang Didoping Zn (BFZO) Dengan Variasi Temperatur Dan Konsentrasi Ion Dopan ($0,2 \leq x \leq 1$), Tugas Akhir Program Magister Jurusan Fisika ITS Surabaya
- [4] Junliang Liu, dkk, (2009), "Synthesis and magnetic properties of quasi-single domain M-type barium hexaferrite powders via sol-gel auto-combustion: Effects of pH and the ratio of citric acid to metal ions (CA/M)", Journal of Alloys and Compounds 479 (2009) 863-869

- [5] Wang Zhengming, Zhang Zhenhui, Qin Shiming, Wang Lihui, Wang Xiaoxiao, (2008), "Theoretical Study on Wave-absorption Properties of a Structure With Left and Right-Handed Materials", Materials and Design, Vol. 29, hal.1777-1779.
- [6] Hahn Dong W., Han Young Ho, (2006), "CO₂ Z Type Hexagonal Ferrites Prepared by Sol-gel Method", Materials Chemistry and Physics, Vol.95, hal. 248-251.
- [7] Pullar, Robert C, (2012), " Hexagonal Ferrites: a Review of the Synthesis, Properties and applications of Hexaferrite Ceramics", Progress in Materials Science.
- [8] Zainuri M., (2010), "Laporan Akhir Studi Absorpsi Elektromagnetik pada M-Hexaferrites untuk Aplikasi Anti Radar", Ristek, ITS Surabaya.
- [9] Mountazeri-Pour, M,dkk, (2008), "Synthesis of Nano-Crystalline Barium Hexaferrite Using a Reactive Co-Precipitated Precursor", IEEE transactions on magnetics, VOL. 44, NO. 11