Pengaruh Ion Doping Zn pada Sifat Kemagnetan Barium M-Heksaferit $BaFe_{12-x}Zn_xO_{19}$ berbasis Pasir Besi Tulungagung

Linda Silvia,* Kurniawati Choirur Rosyidah, dan M. Zainuri[†] Jurusan Fisika, FMIPA-Institut Teknologi Sepuluh Nopember Kampus ITS Sukolilo Surabaya 60111

Telah dilakukan penelitian mengenai pengaruh ion doping Zn terhadap sifat kemagnetan Barium M-Heksaferit (BaM) (BaFe_{12-x}Zn_xO₁₉) berbasis pasir besi Tulungagung. Sintesis serbuk (BaM) menggunakan metode kopresipitasi dengan bahan dasar pasir besi dari daerah Tulungagung. Eksperimen dilakukan dengan mengontrol konsentrasi Zn dengan variasi nilai x = 0; 0,3; dan 0,7 dengan temperatur kalsinasi 1000° C. Karakterisasi sampel dilakukan dengan XRD, VSM (Vibrating Sample Magnetometer), dan SEM. Pembentukan fase BaM dikonfirmasi melalui data XRD, dimana pembentukan fase BaM terbentuk pada temperatur kalsinasi 1000°C, sedangkan untuk variasi doping didapatkan untuk BaM tanpa doping medan koersivitasnya 0,09 T dan remanensi magnetiknya 7,72 emu/gr dan untuk konsentrasi doping x = 0,3 medan koersivitas 0,04 T dan remanensi magnetiknya 11,81 emu/gr, dengan nilai medan koersivitas dan magnetisasi remanensi partikel BaM bervariasi bergantung pada konsentrasi ion doping yang ditambahkan. Partikel BaM yang terbentuk berstruktur heksagonal dengan ukuran partikel rata-rata $\pm 1 \mu m$.

ABSTRACT

In this paper we report on the effect of doping Zn ions on magnetic properties of Barium M-Heksaferit (BAM) $(BaFe_{12-x}Zn_xO_{19})$ based on iron sand from Tulungagung. Synthesis of Barium M-Heksaferit powder by using coprecipitation method with ingredients from local iron sands. The experiments carried out by controlling the concentration of Zn with variation of x = 0, 0.3, and 0.7 with the calcination temperature 1000° C. Characterization of the samples was done by XRD, VSM (Vibrating Sample Magnetometer), and SEM. XRD was used for BAM phase identification, where BAM phase formed on calcination temperature 1000°C. The variation of doping obtained for BAM without doping field coercivity 0.09 T and remanensi magnetic 7.72 emu/g and for the doping concentration x = 0.3 field coercivity 0.04 T and magnetic remanensi 11.81 emu/g, where the value of the coercivity field and magnetization remanensi BAM particles varies depending on the concentration of doping ions were added. BAM particles formed hexagonal structure with an average particle size of $\pm 1 \mu m$.

KATA KUNCI: coprecipitation, coercivity, magnetic remanensi, VSM

I. PENDAHULUAN

Seiring dengan perkembangan teknologi yang terus berkembang terutama kebutuhan untuk mempermudah aktivitas kehidupan manusia, perkembangan teknologi merambah pula hingga di dunia kemiliteran, yang lebih spesifik lagi dalam bidang pertahanan keamanan, salah satunya dalam perkembangan material sebagai penyerap gelombang mikro. Untuk mewujudkan hal tersebut, maka perlu dikembangkannya teknologi berdasarkan ilmu pengetahuan yang dimiliki dengan membuat material yang dapat berperan sebagai penyerap gelombang mikro dengan memanfaatkan bahan yang murah, mudah didapat, dan kelimpahannya tinggi. Material tersebut dapat berupa pasir besi yang dapat dimanfaatkan dalam aplikasi teknologi tinggi.

Tulungagung, Jawa Timur.

BaM merupakan bahan oksida dengan struktur kristal heksagonal yang dicirikan dengan dua parameter kisi yaitu lebar dari bidang heksagonal a = 0,588 nm, dan tinggi dari kristal, c = 2,2 nm dengan space group P63/mmc serta memiliki temperatur melting yang sangat tinggi yaitu 1390°C [3]. Struktur

Salah satu material yang dapat dimanfaatkan sebagai material penyerap gelombang mikro adalah BaM. BaM dengan struktur molekul heksagonal merupakan material men-

janjikan untuk magnet permanen, perekam data, dan penyer-

apan gelombang mikro karena magnetokristalin anisotropik

yang tinggi, magnetisasi relatif tinggi, stabilitas kimia yang

baik, dan ketahanan korosi yang baik, dengan sifat magnet

dan listrik dapat diatur sesuai aplikasi yang dibutuhkan [1].

Telah dilakukan penelitian sebelumnya [2] mengenai sintesis

dan karakterisasi struktur BaM ($0 \le x \le 1$) dengan metode ko-

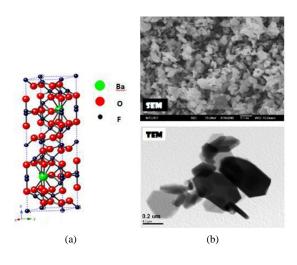
presipitasi menggunakan bahan sintetis, dalam penelitian ini

dibuat material penyerap gelombang mikro berupa BaM den-

gan memanfaatkan material alam berupa pasir besi dari daerah

†E-MAIL: zainuri@physics.its.ac.id

^{*}E-MAIL: linda.silviall@mhs.physics.its.ac.id



Gambar 1: (a) Struktur kristal $BaFe_{12}O_{19}$ dengan kode database 1008841CIF, (b) Hasil SEM dan TEM BaM [4].

kristal BaM diperlihatkan pada Gambar 1.

BaM termasuk hexagonal ferrit yang memiliki resistifitas, anisotropik magnetokristalin, dan magnetisasi saturasi yang tinggi, serta tegangan hilang dielektrik yang rendah pada stabilitas termal [5]. BaM memiliki magnetisasi saturasi (Ms) sebesar 72 emu/g, nilai medan koersivitas (H_c) sebesar 6700 Oe dan temperatur Curie sebesar 450°C [6]. Salah satu cara yang digunakan untuk merekayasa sifat kemagnetan BaM yaitu dengan memberikan doping. Syarat material yang dapat digunakan sebagai doping yaitu memiliki jari-jari ionik yang hampir sama, sebagai contohnya Zn yang dapat menggantikan Fe pada struktur BaM. Zn bersifat diamagnetik dan secara umum memiliki keadaan oksidasi +2. Jari-jari ionik Zn²⁺ adalah 0,074 nm, sedangkan ion Fe³⁺ dengan jari-jari ioniknya 0,065 nm, sehingga dimungkinkan kehadiran ion Zn²⁺ akan menggantikan Fe³⁺. Hal ini dikarenakan kemiripan dimensi ionik antara ion Fe³⁺ dengan Zn²⁺. Kehadiran ion Zn²⁺ ini sebagai pengganggu dalam kemagnetan BaM. Dalam struktur BaM, penyisipan ion Zn²⁺ pada struktur Mheksagonal menggantikan ion Fe³⁺ tidak merubah stuktur kristal yang sudah ada. Kehadiran Zn²⁺ ini untuk menurunkan sifat kemagnetan BaM sehingga sifatnya menjadi lebih lunak.

Pada penelitian ini BaM disubstitusi dengan menggunakan ion Zn. Pengaruh ion Zn diharapkan dapat merekayasa sifat kemagnetan dari BaM tanpa merubah struktur dari BaM itu sendiri, sehingga sifat magnetik dari BaM ini menjadi suatu hal mendasar yang harus diteliti. Material BaM pada penelitian ini akan disintesis dengan metode kopresipitasi, yang divariasikan dengan konsentrasi ion doping Zn pada temperatur kalsinasi 1000°C sehingga terbentuk BaM sebagai material magnetik. Material magnetik yang diperoleh akan dikarakterisasi dengan XRD untuk mengidentifikasi fasa, VSM untuk mengetahui sifat kemagnetannya, dan SEM untuk mengetahui struktur mikro dari BaM.

TABEL I: Komposisi Fase Relatif Hasil Penghalusan (refinement) Rieveld dengan perangkat lunak Rietica untuk sampel serbuk BaM dengan variasi konsentrasi doping Zn.

Sample	Parameter	Komposisi Fa	se Relatif (%)
BaM	Kecocokan GoF	$BaFe_{12}O_{19}$	Fe_2O_3
x = 0.0	1,9	43,45	56,55
x = 0.3	1,7	62,52	37,48
x = 0.7	2,7	58,76	41,24

II. METODOLOGI

Bahan utama yang digunakan yaitu pasir besi dari daerah Tulungagung, Barium karbonat (BaCO₃), Zn, HCl 37%, NH₄OH 98%, dan aquades. Serbuk pasir besi yang telah diekstrak dilarutkan dalam HCl 12M dan diaduk menggunakan magnetic stirrer selama ± 2 jam pada temperatur 70°C dan disaring. Kemudian serbuk BaCO3 dilarutkan dalam larutan HCl dan ditambahkan Zn dengan variasi x = 0.0; 0.3; dan 0.7 sampai terlarut sempurna. Kedua larutan tersebut diaduk dengan magnetic stirrer selama 15 menit. kemudian ditambahkan larutan NH₄OH secara perlahan untuk membentuk endapan sambil diaduk selama 15 menit dengan stirrer. Endapan yang terbentuk (berwarna kecoklatan) dicuci dengan aquades sampai pH 10 dan disaring. Endapan yang telah disaring dikeringkan pada temperatur 80°C dan didapatkan serbuk prekursor BaM. Prekursor BaM kemudian dikalsinasi pada temperatur 1000°C untuk mendapatkan kristalin BaM yang kemudian dikarakterisasi dengan XRD, VSM, dan SEM.

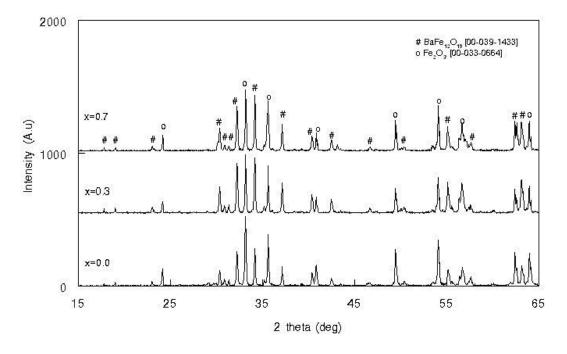
III. HASIL DAN DISKUSI

Analisis struktur kristal BaM dilakukan dengan menggunakan XRD pada jangkau sudut antara 15-65° yang bertujuan untuk mengidentifikasi fasa-fasa yang terbentuk pada BaM. Gambar 2 menunjukkan pola XRD dari sampel BaM tanpa pendopingan Zn dan dengan pendopingan Zn.

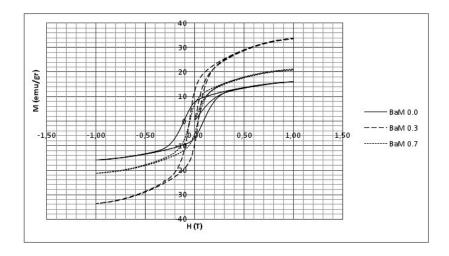
Pada Gambar 2 terlihat adanya karakteristik puncak struktur BaM, dan ada satu fasa lain berupa hematite (Fe₂O₃). Berdasarkan analisis yang telah dilakukan, komposisi fasa relatif hasil penghalusan Rieveld dengan perangkat lunak Rietica untuk sampel serbuk BaM yang dikalsinasi pada temperatur 1000°C teramati bahwa pada konsentrasi doping 0,3 menghasilkan nilai yang optimum, yang terlihat fasa dominan BaM [PDF 00-039-1433] dan fasa minor hematite [PDF 00-033-0664], seperti ditunjukkan pada Tabel I.

Tabel I menunjukkan bahwa tingkat kesesuaian dari penghalusan Rietveld sampel serbuk BaM dengan software Rietica diperoleh tingkat kesesuaian yang cukup baik karena diperoleh nilai GoF yang cukup kecil dimana penghalusan Rietveld dapat diterima menurut kriteria yang disyaratkan oleh Kisi [7], yaitu GoF < 4% dan Rwp < 20%.

Sifat magnetik hasil pengukuran dengan VSM ditunjukkan pada Gambar 3. Dari gambar tersebut dapat dilihat bahwa partikel BaM dengan konsentrasi doping 0,3 mempunyai nilai magnetisasi lebih besar yaitu 11,81 emu/gr dengan nilai



Gambar 2: Pola difraksi BaM dengan variasi konsentrasi doping Zn.



Gambar 3: Kurva histerisis BaM dengan variasi konsentrasi doping Zn.

medan koersivitas sebesar 0,04 T yang lebih tinggi dibandingkan dengan doping pada 0,7. Sedangkan BaM tanpa pendopingan menunjukkan kurva histeresis yang melebar, dimana bersifat *hard magnetic*. Nilai magnetisasi remanensi BaM tanpa pendopingan Zn sebesar 7,72 emu/gr lebih rendah dibandingkan BaM dengan konsentrasi doping 0,3. Untuk lebih jelasnya nilai medan koersivitas dan magnetisasi remanensi dari masing-masing sampel berdasarkan Gambar 3. dapat dilihat pada Tabel II.

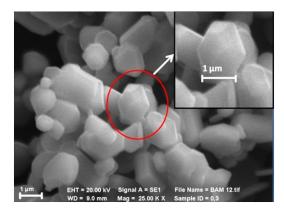
Penambahan Zn²⁺ yang bersifat diamagnetik sebagai pengganggu dalam kemagnetan ferit oksida, dengan momen magnet yang lebih rendah akan mereduksi sifat magnetik BaM. Adanya penambahan konsentrasi doping Zn telah mereduksi sifat *hard magnetic* dari BaM, sehingga diperoleh BaM yang

bersifat *soft magnetic*, seperti ditunjukkan pada Gambar 3. Hasil penelitian lain yang dilakukan oleh Ramli [8] mengenai sifat kemagnetan BaM tanpa doping menunjukkan kurva histeresis yang lebar dengan magnetisasi remanensi dan medan koersivitas besar, tetapi ketika dilakukan pendopingan Zn mengalami kenaikan magnetisasi remanensi dan menurunkan medan koersivitas yang menjadikannya *soft magnetic*, ditandai dengan adanya kurva histeresis yang mempunyai urut balik hampir simetris ketika dikenai medan magnet maupun ketika medan magnet ditiadakan, dan dapat dilihat dari luasan kurva histeresis yang menyempit.

Nilai koersivitas dan magnetisasi remanensi dari partikel BaM tanpa pendopingan Zn berbeda jika dibandingkan dengan pendopingan Zn yang menghasilkan kecenderungan yang

TABEL II: Nilai medan koersivitas (Hc) dan Magnetisasi remanensi (Mr) BaM dengan variasi konsentrasi doping Zn.

Sampel BaM	Hc (T)	Mr (emu/gr)
x = 0.0	0,09	7,72
x = 0,3	0,04	11,81
x = 0.7	0,04	7,10



Gambar 4: Hasil pengamatan morfologi BaM (BaFe $_{11.7}$ Zn $_{0.3}$ O $_{19}$) dengan SEM.

berlawanan. Perbedaan ini cukup menarik perhatian, sehingga memerlukan kajian yang lebih mendalam. Namun demikian, terlihat jelas bahwa kekuatan magnetik partikel dipengaruhi oleh pendopingan Zn yang dilakukan.

Gambar 4 menunjukkan foto SEM dari sampel BaM den-

gan doping 0,3. Terlihat bahwa sampel tersebut memiliki morfologi yang hampir sama yaitu berbentuk heksagonal, yang juga merupakan struktur kristal BaM sesuai dengan kode database 1008841 mengacu pada data $crystallographic\ information\ file\ (CIF)\ BaFe_{12}O_{19}\ [9]\ dan sesuai\ dengan\ penelitian sebelumnya yang dilakukan oleh Pullar [3]. Pada foto SEM tersebut menunjukkan bahwa BaM yang terbentuk dengan komposisi cukup banyak dengan rata-rata ukuran partikel yang terbentuk <math display="inline">\pm$ 1 μ m, sehingga ukuran partikel BaM tersebut dalam skala orde mikron.

IV. SIMPULAN

Pembuatan partikel BaM dengan metode kopresipitasi menghasilkan partikel dengan struktur heksagonal dengan ukuran rata-rata partikel \pm 1 μ m. Penambahan ion doping Zn berpengaruh terhadap sifat kemagnetan BaM. Penambahan Zn menyebabkan BaM bersifat softmagnetik, partikel BaM dengan konsentrasi doping 0,3 mempunyai nilai magnetisasi lebih besar yaitu 11,81 emu/gr dengan nilai medan koersivitas sebesar 0,04 T. Sifat kemagnetan BaM tanpa doping menunjukkan kurva histeresis yang lebar dengan magnetisasi remanensi dan medan koersivitas besar, tetapi ketika dilakukan pendopingan Zn mengalami kenaikan magnetisasi remanensi dan menurunkan medan koersivitas yang menjadikannya soft magnetic dengan kecenderungan yang masih memerlukan kajian lebih lanjut untuk dapat dimanfaatkan sebagai material penyerap gelombang mikro.

^[1] K.B.M. Paul, Physica B, 388 (2007).

^[2] D. Pangga, Sintesis dan Karakterisasi Struktur Barium M-Hexaferrite BaFe_{12-x}Co_xZn_xO₁₉ ($0 \le x \le 1$), Thesis Magister Jurusan Fisika, Institut Teknologi Sepuluh Nopember, Surabaya, 2011

^[3] R.C. Pullar, Prog. Mater. Sci., 57, 1191-1334 (2012).

^[4] T.H. Ting, and K.H. Wu, J. Magn. Mater., 322, 2160-2166 (2010).

^[5] D.W. Hahn, and Y.H. Han, Materials Chemistry and Physics, 95, 248-251 (2006).

^[6] M. Zainuri, Laporan Akhir Studi Absorbsi Elektromagnetik pada

M-Hexaferrites untuk Aplikasi Anti Radar, ITS Surabaya, 2010.

^[7] E.H. Kisi, Rietveld Analysis of powder diffraction patterns (Materials Forum, 1994)

^[8] I. Ramli, Sintesis dan Karakterisasi Struktur, Sifat Magnet, dan Listrik Barium M-Heksaferrite/Polianilin Berstruktur Core Shell, Thesis Magister Jurusan Fisika, Institut Teknologi Sepuluh Nopember Surabaya, 2012.

^[9] COD 1008841, Crystallography Open Database [http://www.crystallography.net/]