

KARAKTERISASI SIFAT KEMAGNETAN PADA KOMPOSIT CORE-SHELL BARIUM M-HEKSAFERIT DOPING ION Zn (BaFe_{12-x}Zn_xO₁₉)/POLIANILIN

Novita Ratnasari Siswiyanto, M. Zainuri

Jurusan Fisika, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam,

Institut Teknologi Sepuluh Nopember Surabaya

Jl. Arief Rahman Hakim, Surabaya 60111

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

Abstrak—Telah dilakukan penelitian mengenai pengaruh variasi doping ion Zn 0,3; 0,5; 0,7 pada serbuk Barium M-Heksaferit (BaFe_{12-x}Zn_xO₁₉) dengan metode kopresipitasi sederhana yang dilakukan untuk menyintesis serbuk Barium M-Heksaferit (BaFe_{12-x}Zn_xO₁₉) kemudian dikalsinasi pada suhu 1000°C selama 4 jam. Dan metode *in-situ polimerization* untuk sintesis komposit core-shell PANi/BaM. Dan metode *in-situ polimerization* untuk sintesis komposit core-shell PANi/BaM. Serbuk PANi/Barium M-Heksaferit BaFe_{12-x}Zn_xO₁₉ kemudian dikarakterisasi dengan VSM untuk mengetahui sifat kemagnetannya. Pemberian doping ion Zn yang semakin banyak mempengaruhi sifat kemagnetan menjadi semakin lemah seperti pada BaFe_{11,3}Zn_{0,7}O₁₉ yaitu dengan nilai remanensi magnetik sebesar 10,79 emu/gr dan medan koersivitas sebesar 34,57×10⁻² T.

Kata Kunci—BaFe_{12-x}Zn_xO₁₉, Zn, kopresipitasi, kemagnetan

I. PENDAHULUAN

Barium M-Heksaferit (BaM) telah banyak mendapat perhatian sebagai material penyerap gelombang elektromagnet karena rugi magnetiknya (*Magnetic losses*) yang berasal dari resonansi gerak domain magnetik dan relaksasi spin pada frekuensi tinggi medan elektromagnet[1] bersama dengan salah satu polimer konduktif yaitu Polianilin (PANi) yang mudah disintesis, monomer yang murah, dan memiliki kestabilan terhadap lingkungan yang lebih baik dibandingkan dengan polimer konduktif lainnya[2]. Polianilin sebagai material penyerap gelombang radar hanya mempunyai rugi elektrik (*electrical loss*)[3]. Perpaduan material magnetik dan material konduktif dapat menjadi material penyerap gelombang Radar yang baik karena serapan magnetik dan elektriknya[4].

BaM merupakan magnet permanen dengan anisotropi magnetik yang tinggi[5], kestabilan kimia yang baik, magnetik saturasi dan medan koersitas yang tinggi (*hard magnetic*)[6]. Karena anisotropi kristalannya BaM memiliki frekuensi resonansi yang sangat tinggi yaitu sekitar 50-60 Hz[1]. Anisotropi dari BaM dapat direduksi dengan substitusi Fe³⁺ dengan ion divalent (Zn, Co, Ni, dan lain-lain)[7], sehingga dengan substitusi ini diharapkan BaM bisa diaplikasikan untuk penyerap gelombang elektromagnet pada daerah X-band.

Sintesis Komposit BaM/PANi telah dilakukan dengan menambahkan serbuk BaM ketika proses polimerisasi PANi, sehingga menghasilkan struktur Kristal BaM yang tidak tereduksi dan terbentuk komposit BaM/PANi dengan struktur *core-shell* [8].

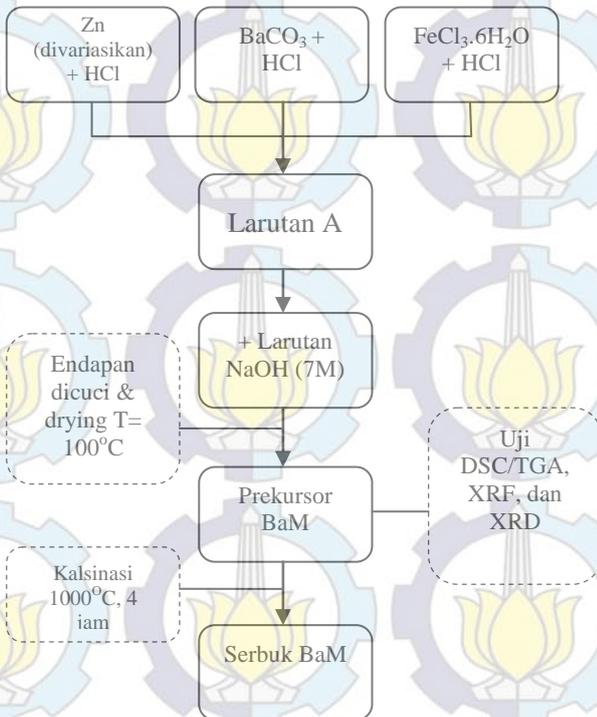
Jurnal ini membahas material BaFe₁₂O₁₉ yang disintesis dengan menggunakan metode kopresipitasi dan divariasikan

dengan konsentrasi ion doping Zn²⁺ sehingga akan membentuk material magnetik. Selanjutnya dilakukan sintesis BaM/PANi dengan metode polimerisasi in-situ Polianilin/Barium M-Heksaferit dengan struktur *core-shell* yang diharapkan dapat menghasilkan material magnetik bernilai konduktivitas tinggi. Material yang diperoleh tersebut selanjutnya akan dianalisa mikrostruktur *core-shell*-nya dengan menggunakan *Transmission Electron Microscope (TEM)*, sifat kemagnetan dianalisa dengan menggunakan *Vibrating Sample Magnetometer (VSM)*.

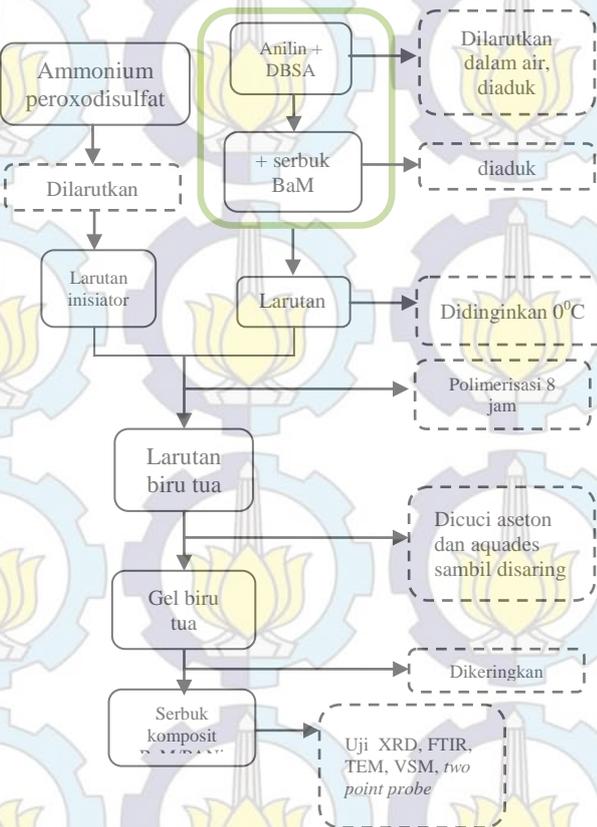
II. METODE

Sintesis material komposit *Core-Shell* Barium M-Heksaferit doping ion Zn (BaFe_{12-x}Zn_xO₁₉)/Polianilin pada penelitian ini terdiri atas dua bagian, yaitu sintesis partikel magnetik Barium M-Heksaferit (BaM) dan Sintesis Komposit barium M-Heksaferit/Polianilin (BaM/PANi). Barium M-Heksaferit doping ion Zn (BaFe_{12-x}Zn_xO₁₉) disintesis dengan metode kopresipitasi, serbuk BaCO₃ dan serbuk Zn dengan variasi konsentrasi 0,3; 0,5 dan 0,7 masing-masing dilarutkan ke dalam HCl dan aquades kemudian FeCl₃.6H₂O juga dilarutkan kedalam aquades. Ketiga larutan tersebut dicampurkan dan diaduk selama 15 menit selanjutnya ditambahkan larutan NaOH secara perlahan lalu diaduk kembali selama 15 menit. Larutan yang dihasilkan dengan pH ≈ 12 setelah penambahan larutan NaOH kemudian dicuci dengan aquades. Selanjutnya disaring kemudian dikeringkan pada temperatur 100°C. Selanjutnya endapan yang telah kering dimortar sehingga didapatkan serbuk prekursor BaM lalu dikalsinasi pada temperatur 1000°C.

Selanjutnya sintesis komposit *core-shell* PANi/BaM dilakukan dengan metode *in situ polimerization*. Anilin dan DBSA dilarutkan ke dalam aquades sambil diaduk selama 30 menit, kemudian ditambahkan serbuk BaFe_{12-x}Zn_xO₁₉ sambil tetap diaduk hingga homogen (merata) lalu didinginkan hingga temperatur 0°C kemudian dipolimerisasi selama 8 jam sambil tetap diaduk dan ditambahkan sedikit demi sedikit larutan inisiator yang terdiri atas larutan *Ammonium Peroxodisulfate (APS)*. Kemudian setelah polimerisasi selesai, larutan PANi/BaM disaring sambil dicuci dengan menggunakan aseton dan aquades sampai air pencucinya jernih dan didapatkan gel berwarna biru tua yang selanjutnya dikeringkan dan didapatkan serbuk komposit PANi/BaM.



Gambar 1. Skema kerja sintesis BaFe_{12-x}Zn_xO₁₉

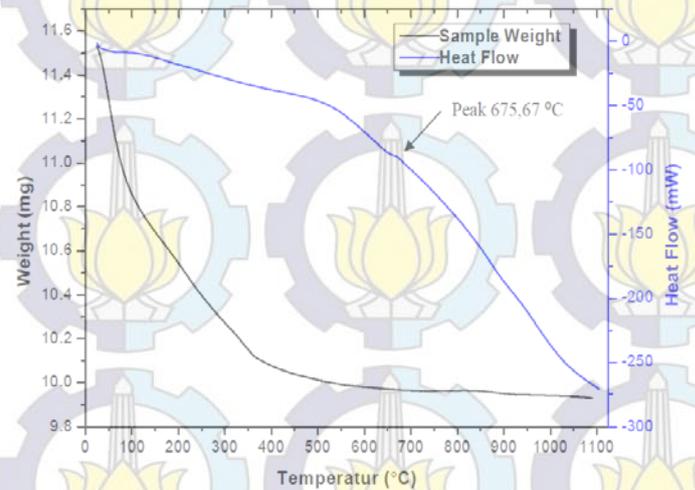


Gambar 2. Skema kerja sintesis komposit *core-shell* PANi/BaM

Serbuk komposit PANi/BaM yang didapatkan dari metode *in situ polymerization* ini kemudian dianalisis untuk mengetahui sifat kemagnetannya dengan menggunakan VSM.

III. HASIL DAN PEMBAHASAN

A. Analisis hasil DSC/TGA pada sampel Barium M-Heksiferit



Gambar 3. Grafik DSC/TGA prekursor BaM hasil pengendapan dari proses kopresipitasi

Dari kurva di atas, dapat diamati bahwa terjadi penurunan massa sekitar 13,04% diantara rentang temperatur 25-350°C yang mengindikasikan terjadinya penguapan air dan dekomposisi hidroksida (OH). Puncak eksotermik pada kurva, dapat diamati pada temperatur 675,67°C yang berhubungan dengan kristalisasi barium M-Heksiferit. Dimana hal yang sama juga diamati pada penelitian sintesis BaM dengan metode kopresipitasi yang dilakukan oleh Hsing dan Yao pada tahun 2007, dimana kristalisasi BaM terdapat pada temperatur 710°C sesuai dengan kurva di bawah ini. Sehingga, berdasarkan hasil pengujian di atas, maka perlakuan panas (*heat treatment*) untuk mendapatkan kristalin dari BaM, dilakukan pada temperatur 1000°C dengan penurunan massa sebanyak 11,46% diantara rentang temperatur 25-1000°C. Proses kalsinasi dengan temperatur 1000°C dilakukan selama 4 jam dengan tujuan untuk meningkatkan fraksi volum BaM

B. Identifikasi Fasa Barium M-Heksiferit (BaFe_{12-x}Zn_xO₁₉)

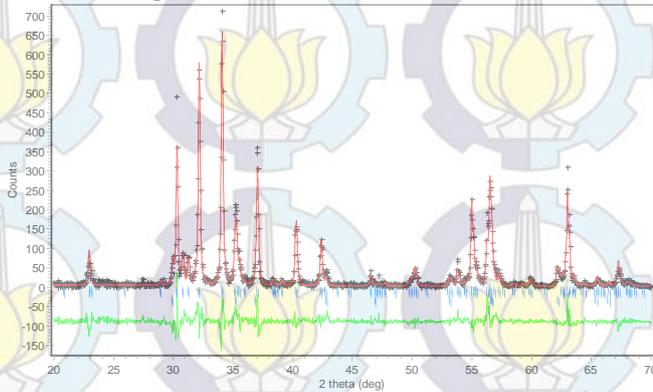
Analisa struktur Barium M-Heksiferit doping ion Zn (BaFe_{12-x}Zn_xO₁₉) dilakukan dengan menggunakan XRD (*X-Ray Diffraction*) untuk mendeteksi fase yang terdapat di dalam setiap sampel dengan variasi konsentrasi doping Zn²⁺ yang berbeda-beda yaitu 0,3; 0,5 dan 0,7. Pada pola difraksi dengan variasi konsentrasi doping Zn²⁺ yang berbeda-beda ini dapat teramati bahwa fase Heksiferit merupakan fase yang dominan.

Pada pola difraksi sinar-X Barium M-Heksiferit dengan konsentrasi doping x=0,3 yang ditunjukkan pada gambar 4, fase yang terbentuk adalah Heksiferite dan Franklinit (ZnFe₂O₄) dengan prosentase masing-masing fase adalah 99,79% dan 0,21%. Dimana pada fase Franklinit ini terjadi substitusi ion doping Zn²⁺ menggantikan ion Fe³⁺ pada posisi struktur tetrahedral Barium M-Heksiferit.

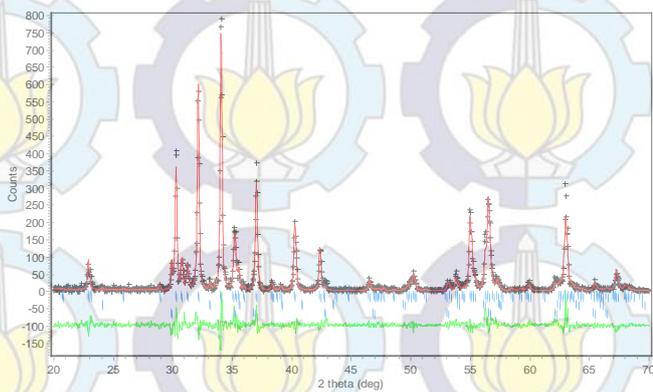
Pada pola difraksi sinar-X Barium M-Heksiferit dengan konsentrasi doping x=0,5 yang ditunjukkan pada gambar 5, fase yang terbentuk adalah fase Heksiferit dengan prosentase sebanyak 98,23%, fase Hematit sebanyak 1,52% dan fase Franklinit sebanyak 0,25%. Hal ini menunjukkan

bahwa selain menyubsitisi ion Fe^{3+} pada struktur tetrahedral BaM, ion doping Zn^{2+} juga menyubsitisi Fe^{3+} pada posisi struktur tetrahedral pada Hematit.

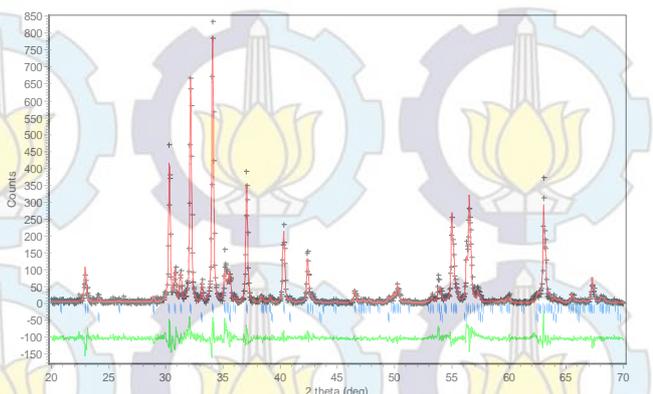
Pada pola difraksi sinar-X Barium M-Heksaferit dengan konsentrasi doping $x=0,7$ yang ditunjukkan pada gambar 6, fase yang terbentuk antara lain adalah fase Heksaferit dengan prosentase 96,55% dan fase Hematit sebanyak 3,45%. Dimana hal ini menunjukkan bahwa ion doping Zn terlarut dalam struktur kristal Heksaferit, menggantikan posisi ion Fe^{3+} pada struktur tetrahedral.



Gambar 4. Pola difraksi sinar-X pada BaM doping ion Zn, $x=0,3$ ($BaFe_{11,7}Zn_{0,3}O_{19}$)



Gambar 5. Pola difraksi sinar-X pada BaM doping ion Zn, $x=0,5$ ($BaFe_{11,5}Zn_{0,5}O_{19}$)



Gambar 6. Pola difraksi sinar-X pada BaM doping ion Zn, $x=0,7$ ($BaFe_{11,3}Zn_{0,7}O_{19}$)

Tabel 1. Komposisi Fase Relatif Hasil Penghalusan (*refinement*) Rieveld untuk Variasi Konsentrasi Doping Ion Zn yang Berbeda dengan Perangkat Lunak *Rietica*

Konsentrasi Doping	Komposisi Fase Relatif (%)			Parameter Kecocokan (GoF)
	Heksaferit	Hematit	Franklinit	
0,3	99,79	-	0,21	2,2
0,5	98,23	1,52	0,25	2,1

0,7	96,55	3,45	-	2,1
-----	-------	------	---	-----

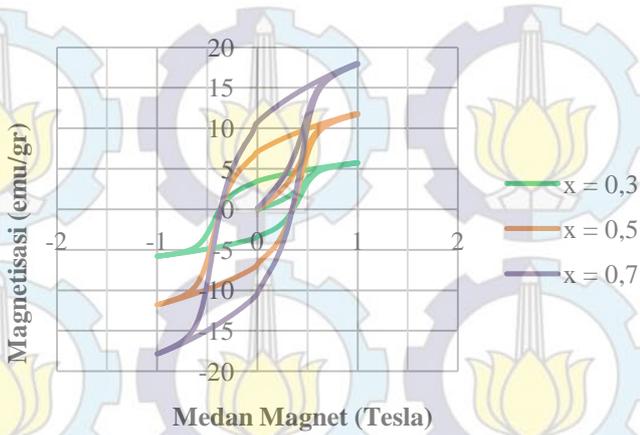
Tabel 1. menunjukkan bahwa hasil analisis penghalusan yang dilakukan dapat dinyatakan bahwa data tersebut *acceptable* karena nilai sebagian besar nilai GoF (*Good of Fitness*) <4%. Berdasarkan tabel di atas dapat dilihat bahwa fraksi volum dari BaM menurun setelah mengalami proses pendopingan. Hal ini dapat disebabkan karena pada saat pendopingan, ion Zn tidak seluruhnya tersubsitisi ke dalam BaM, melainkan membentuk fase sendiri yaitu fase Franklinit seperti yang terjadi pada BaM dengan pendopingan ion 0,3 sebanyak 0,21% dan sebanyak 0,25% pada BaM dengan konsentrasi doping ion Zn sebanyak 0,5. Selain itu sebanyak 1,52% pada konsentrasi ion doping Zn 0,5 dan 3,45% pada konsentrasi ion doping Zn 0,7, Zn^{2+} tersubsitisi ke dalam posisi tetrahedral Fe^{3+} pada struktur Hematit.

C. Analisis Sifat Kemagnetan

Pengukuran sifat kemagnetan Barium M-Heksaferit dilakukan dengan menganalisa kurva histerisis dengan peralatan *Vibrating Sample Magnetometer (VSM)* sehingga dari kurva tersebut dapat diketahui besarnya nilai remanensi (M_r), dan koersivitas (H_c). Untuk menentukan suatu bahan bersifat magnet lemah (*soft magnetic*) atau magnet kuat (*hard magnetic*) yang tidak hanya dinilai dari parameter besarnya nilai magnetisasi saturasi tetapi juga dari medan koersivitas dan nilai magnetisasi remanen.

Telah diketahui bahwa bahan Barium M-Heksaferit termasuk bahan magnet keras (*hard magnetic*) yang merupakan salah satu bahan baik dari segi keilmuan maupun teknologi yang juga sangat penting. Magnet keras merupakan magnet permanen yang memiliki kurva histeresis (*Hysteresis loop*) yang besar dan mempunyai nilai koersivitas (H_c) yang tinggi. Dari hasil yang didapat dari penelitian sebelumnya, untuk sampel BaM tanpa doping memiliki nilai koersivitas yang paling tinggi dibandingkan dengan nilai koersivitas setelah didoping yaitu dengan remanensi sebesar 29,32 emu/gr dan medan koersivitas sebesar 0,46 T. Koersivitas disebut juga intensitas magnet yang digunakan untuk membedakan *hard magnet* atau *soft magnet*.

Semakin besar medan koersivitasnya maka semakin keras sifat magnetnya, hal tersebut dikarenakan untuk menghilangkan sifat kemagnetannya dibutuhkan medan magnet yang besar. Perbandingan kurva histerisis pada gambar 8 menunjukkan bahwa didapatkan nilai saturasi yang semakin besar dengan nilai koersivitas yang semakin kecil seiring dengan konsentrasi doping yang ditambahkan ke dalam serbuk $BaFe_{12-x}Zn_xO_{19}$. Hal ini menunjukkan bahwa BaM yang didoping dengan ion Zn semakin berubah sifatnya dari *hard magnetic* menjadi *soft magnetic*. Sesuai dengan tujuan awal penelitian ini untuk penambahan konsentrasi doping ion Zn^{2+} yang diharapkan dapat mengakibatkan domain-domain magnet pada BaM kembali mengalami ketidakseimbangan kembali sehingga sifatnya berubah dari magnet kuat menjadi magnet lemah.



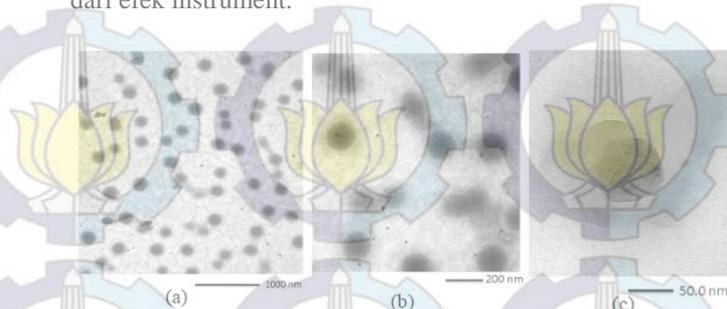
Gambar 7. Perbandingan kurva histeresis BaM pada variasi konsentrasi doping Zn ($BaFe_{12-x}Zn_xO_{19}$)

Tabel 2. Nilai Remanensi dan Medan Koersivitas BaM untuk Konsentrasi Ion Doping Zn 0,3; 0,5 dan 0,7

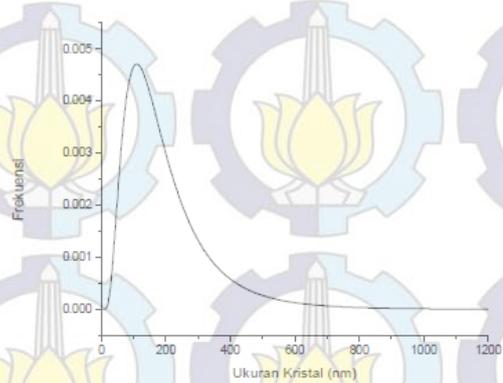
Konsentrasi Doping Zn	Remanensi (emu/gr)	Medan Koersivitas (T)
X = 0 (Irwan, 2012)	29,32	0,46
X = 0,3	3,49	0,3552
X = 0,5	7,13	0,346
X = 0,7	10,79	0,3457

D. Analisa Morfologi Komposit Core-Shell PANi/BaM

Pengamatan morfologi komposit PANi/Barium M-Heksaferit variasi doping ion Zn seperti yang terlihat pada gambar 8 ini telah dilakukan menggunakan perangkat TEM (*Transmission Electron Microscopy*) dengan perbesaran yang berbeda-beda. Dari hasil pengamatan pada gambar 8 terlihat bahwa ukuran partikel komposit rata-rata ~190 nm. Pada gambar (c) terlihat bahwa ukuran BaM sebagai *core* ~100 nm. Ukuran partikel BaM ini dikonfirmasi dengan hasil analisis pola difraksi dengan menggunakan perangkat lunak MAUD. MAUD digunakan dengan pertimbangan bahwa perangkat lunak dapat mengoreksi pelebaran puncak dari efek instrument.



Gambar 8. Hasil pengamatan komposit PANi/BaM dengan TEM



Gambar 9. Distribusi ukuran Kristal BaM berdasarkan analisis data difraksi.

Distribusi ukuran Kristal hasil analisis dengan MAUD diberikan pada gambar 9 dengan ukuran kristal rata-rata 101(6) nm. Berdasarkan morfologi komposit BaM/PANi hasil pengamatan TEM diatas terlihat bahwa dengan struktur *core-shell*, distribusi filler merata didalam struktur komposit.

Komposit BaM/PANi yang berhasil disintesis ini mempunyai sifat kemagnetan dan kelistrikan dimana sifat kemagnetannya disumbangkan oleh partikel nano BaM dan sifat kelistrikannya disumbangkan oleh PANi. Dengan sifat ini diharapkan komposit BaM/PANi memiliki rugi magnetik dan elektrik pada saat dikenai gelombang radar pada orde X-Band sehingga dapat diaplikasikan sebagai material pelapis anti radar (Irwan, 2012).

IV. KESIMPULAN

Berdasar penelitian sintesis dan karakterisasi material magnet Barium M-Hexaferit Doping Ion Zn ($BaFe_{12-x}Zn_xO_{19}$) yang telah dilakukan, dapat diketahui pengaruh penambahan konsentrasi ion doping Zn ke dalam Barium M-Hexaferit berhasil mereduksi sifat kemagnetannya menjadi semakin lemah dengan doping optimum sebanyak 0,7 ($BaFe_{11,3}Zn_{0,7}O_{19}$) dengan nilai remanensi magnetik sebesar 10,79 emu/gr dan medan koersivitas sebesar $34,57 \times 10^{-2}$ T.

UCAPAN TERIMA KASIH

Penulis N. R. S. mengucapkan terima kasih kepada Jurusan Fisika ITS, Laboratorium Material Fisika ITS serta seluruh pihak yang telah memberi dukungan selama penelitian ini.

DAFTAR PUSTAKA

[1] A. Ghasemi, A. Hossienpour, A. Morisako, A. Ashrafizadeh, A. Saatchi, and M. Salehi, "Electromagnetic Properties and Microwave Absorbing Characteristics of Doped Barium Hexaferrite," vol. 302, pp. 429-435, 2009.

[2] S. Bhadra, D. Khastgir, K. S. Nikhil, and J. H. Lee, "Progress in Preparation, Processing and Applications of Polyaniline," vol. 34, pp. 783-810, 2009.

[3] T. Ting and K.-H. Wu, "Synthesis, Characterization of Polyaniline/BaFe₁₂O₁₉ Composites with Microwave-Absorbing Properties," vol. 322, pp. 2160-2166, 2010.

[4] C. C. Yang, Y. J. Gung, W. C. Hung, T. H. Ting, and K. H. Wu, "Infrared and Microwave Properties of

BaTiO₃/Polyaniline and BaFe₁₂O₁₉/Polyaniline Composites,” vol. 70, pp. 466–471, 2010.

- [5] M. J. Molaie, A. Ataie, S. Raygan, M. R. Rahimpour, S. J. Picken, F. D. Tichelaar, E. Legarra, and E. Plazaola, “Magnetic Property Enhancement and Characterization of Nano-Structured Barium Ferrite by Mechano-Thermal Treatment,” pp. 83–89, 2012.
- [6] J. Qiu and M. Gu, “Crystal Structure and Magnetic Properties of Barium Ferrite Synthesized Using GSPC and HEBM,” vol. 415, pp. 209–212, 2006.
- [7] M. R. Meshram, N. K. Agrawal, B. Shinha, and P. S. Misra, “Characterization of M-Type Barium Hexagonal Ferrite-Based Wide Band Microwave Absorber,” vol. 271, pp. 207–214, 2004.
- [8] I. Ramli and M. Zainuri, *Sintesis dan Karakterisasi Struktur dan Sifat Magnet dan Listrik Komposit Barium M-Heksaferit/Polianilin Berstruktur Core-Shell*. 2012.

