48.844/H/13



Institut Teknologi Sepuluh Nopember



PSFi S38.45 Sai P-1 2012

TUGAS AKHIR - SF 091321

PENGARUH VARIASI pH PELARUT HCI PADA SINTESIS BARIUM M-HEKSAFERRIT DENGAN DOPING Zn (BaFe_{11,4}Zn_{0,6}O₁₉) MENGGUNAKAN METODE KOPRESIPITASI

INAYATI NUR SAIDAH NRP 1108 100 039 Dosen Pembimbing Dr. M. Zainuri, M.Si NIP 19640130.199002.1.001 JURUSAN FISIKA Fakultas Matematika dap Ilmu Reportabuan Alam

Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Institut Teknologi Sepuluh Nopember Surabaya 2012

i



FINAL PROJECT - SF 091321

INFLUENCES OF VARIATION pH SOLVENT HCI ON THE SYNTHESIS OF BARIUM M-HEXAFERRITE WITH DOPING Zn (BaFe_{11,4}Zn_{0,6}O₁₉) BY CO-PRESIPITATION METHOD

INAYATI NUR SAIDAH NRP 1108 100 039

Supervisor Dr. M. Zainuri, M.Si NIP 19640130.199002.1.001

DEPARTMENT OF PHYSICS Faculty Of Mathematics And Natural Sciences Sepuluh Nopember Institute Of Technology Surabaya 2012

ii

PENGARUH VARIASI pH PELARUT HCI PADA SINTESIS BARIUM M-HEKSAFERRIT DENGAN DOPING Zn (BaFe_{11,4}Zn_{0,6}O₁₉) MENGGUNAKAN METODE KOPRESIPITASI

TUGAS AKHIR

Diajukan untuk Memenuhi Salah Satu Syarat Memperoleh Gelar Sarjana Sains pada Bidang Studi Material Program Studi S-1 Jurusan Fisika Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Institut Teknologi Sepuluh Nopember

> Oleh : INAYATI NUR SAIDAH Nrp.1108 100 039

Disetujui oleh Pembimbing Tugas Akhir Dr. M. Zainuri, M.Si

SURABAYA, JULI 2012

iii

PENGARUH VARIASI pH PELARUT HCI PADA SINTESIS BARIUM M-HEKSAFERRIT DENGAN DOPING Zn (BaFe_{11,4}Zn_{0,6}O₁₉) MENGGUNAKAN METODE KOPRESIPITASI

Nama Mahasiswa	: Inayati Nur Saidah
NRP	: 1108 100 039
Jurusan	: Fisika FMIPA-ITS
Dosen Pembimbing	: Dr. M. Zainuri, M.Si

Abstrak

Telah dilakukan penelitian mengenai pengaruh variasi pH pelarut HCl pada sintesis barium M-heksaferrit dengan doping Zn (BaFe₁₁, Zn₀, O₁₉) menggunakan metode kopresipitasi. Metode kopresipitasi sederhana dilakukan untuk mensintesis serbuk barium M-heksaferrit BaFe11,4Zn0.6O19. Eksperimen dilakukan dengan mengontrol pH HCl dengan variasi nilai pH= 1; 2; 3; 4 dan dilakukan drying dengan T=80°C dan dikalsinasi pada T=150°C. Proses heat treatmant tersebut di holding time selama 4 jam. Serbuk barium M-heksaferrit BaFe11 Zno 6010 dikarakterisasi dengan DSC/TGA, XRD, SEM, dan VSM, Fasa barium M-hexaferrite BaFe11.4Zn0.6O19 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 BaFe11,4Zn0.6O19 pada temperatur kalsinasi 150°C memperlihatkan bahwa elemen dari barium M-heksaferrit adalah Ba, Fe, Zn, O dan ukuran partikelnya adalah 1 µm serta ukuran kristal adalah 38,202nm.

Kata kunci: barium M-heksafrerit, pH, kopresipitasi, DSC/TGA, XRD, SEM, VSM

iv

INFLUENCES OF VARIATION pH SOLVENT HCI ON THE SYNTHESIS OF BARIUM M-HEXAFERRITE WITH DOPING Zn (BaFe_{11,4}Zn_{0,6}O₁₉) BY CO-PRESIPITATION METHOD

Student Name	: Inayati Nur Saidah
NRP	: 1108 100 039
Departement	: Fisika, FMIPA-ITS
Supervisor	: Dr. M. Zainuri, M.Si

Abstract

The research has been done influences of variation pH Solvent HCl on the synthesis of barium M-hexaferrite with doping $Zn (BaFe_{11} Zn_{0.6}O_{10})$ by co-presipitation method. A simple coprecipitation method is used for the synthesis of barium Mhexaferrite (BaFe11,4Zn0,6O19) powder. This Experiment is done with control pH solvent HCl with variation = 1; 2; 3, 4, drving performed with T = 80 °C and calcined at T = 150 °C with holding time for 4 hours. Powdered barium M-hexaferrite (BaFe_{11 4}Zn_{0.6}O₁₉) characterized by DSC / TGA, XRD, SEM, and VSM. The higest barium M-hexaferrite(BaFe11 Zno 6010) phase is at pH=1 at the calcination temperature $150^{\circ}C$ as high as 83,98%, it has coercivity (Hc) as high as 0,018 T, remanent magnetization(Mr) is 3,113 emu/gram and saturation magnetization (Ms) is 25.50 emu/g. SEM-EDX photographs of precursor $BaFe_{114}Zn_{0.6}O_{19}$ at the calcination temperature 150 °C shows the element of barium M-hexaferrite are Ba, Fe, Zn, and O and particle size is 1 um and crystal size is 38.202 nm.

Key words: barium M-hexaferrite, pH, co-presipitation, DSC/TGA, XRD, SEM, VSM

v

KATA PENGANTAR

إسم حرائله الرحمين الرحي

Assalamu'alaikum Wr. Wb.

Alhamdulillah, segala puji syukur penulis panjatkan kehadirat Allah SWT, karena berkat rahmat dan hidayah-Nya penulis dapat menyelesaikan penulisan dan penelitian laporan Tugas Akhir yang berjudul "Pengaruh Variasi pH Pelarut HCl Pada Sintesis Barium M-Heksaferit Dengan Doping Zn (BaFe_{11,4}Zn_{0,6}O₁₉) Menggunakan Metode Kopresipitasi".

Tak lupa penulis sampaikan penghargaan dan rasa terima kasih yang sebesar-besarnya kepada semua pihak yang telah membantu penulis dalam mengerjakan tugas akhir sehingga dapat terselesaikan dengan baik, khususnya kepada :

- 1. Bunda, Ayah, kakek, nenek (alm) tercinta yang yangtelahmemberikandidikan, ajaran, motivasi, nasehat, kasihsayang, dando'arestunya.
- 2. Adikku Sakinah Isma S, Bachtiar Okto V, Aryo Danurwendo dan Suwantoro serta seluruh keluarga besar, Pakdhe Suwito dan Paklek Sugeng terima kasih do'a, support, dan motivasinya yang luar biasa diberikan kepada penulis. Yak Huda & adikq Wisnu Ganesha thanks selalu memberikan hiburannya ketika penulis lagi sumpek. Hehe...Miss U very much.
- Bapak Dr. M. Zainuri, M.Si selaku dosen pembimbing atas segala bimbingan, wawasan, semangat, kesabaran dalam membantu penulis menyelesaikan tugas akhir ini dan selalu memberikan motivasi dengan joke – joke yang mendidik.
- 4. Bapak Yono Hadi Pramono, M.Si selaku Ketua Jurusan Fisika FMIPA-ITS Surabaya.
- 5. Bapak Prof. Eddy Yahya, selaku dosen wali, terimakasih atas motivasi dan arahannya.

vi

- 6. Bapak Drs. Gatut Yudoyono, M.T, selaku Koordinator Tugas Akhir Program S1 Jurusan Fisika FMIPA ITS.
- Bapak Dr.rer.nat Triwikantoro, M.Sc, Ibu Sri Yani Purwaningasih, M.Si selaku dosen penguji yang telah memberikan saran dan masukkannya.
- Seluruh Dosen dan civitas akademik jurusan Fisika FMIPA ITS terima kasih atas seluruh wawasan, dan ilmu yang diberikan selama ini. Semoga menjadi ilmu yang bermanfaat. Amiin.
- 9. Tim BAM (Findah, Icha, Mbak Aghes, Mas Irwan),terimakasih telah menemani dan membantu tugas akhir ini sampai selesai.
- 10.Bapak Aqidah, Mbak Ninit, dan mas Sholih trimakasih atas bantuan dan kesabarannya selama pengujian XRD, SEM-EDX, pH meter, dan preparasi bahan yang diperlukan dalam pembuatan tugas akhir ini.
- 11.All Spektrum 2008(Komting 2k8, Qudsy,Mastuki, Friget, Agung W, Riris, Lia, Yasin, Fajar) terimakasih kebersamaannya selama ini, banyak kenangan terindah bersama kalian semua.
- 12.Mas Halley, Mas Hijazi, Mbak Nurul, Novi, Imam S, Wafi, Elok, Fifi B, Nia, Tri H, thanks supportnya yang luar biasa.
- 13.Sahabatq bermain Windy, Mbk Vita, Rhere, trima kasih atas support serta persahabatan yang tak akan pernah kulupakan.
- 14. Teman temanUKM Cinta RebanaITS (Mbak iik, mas muntari, mz Nurdin, Zulis, dkk) yang tidak bisa disebutkan satu persatu terimakasih do'a, support, dan canda tawanya.
- 15.KeluargabesarGebangLor no 24 A (mbak eta, mabk binti, mbah kos) atas do'a, support, dan telah menemani penulis selama 2 tahun kos disana.

- 16.Keluarga besar Keputih Kejawan Gebang no 24 (fitri, retno, dian, syaroh, icha, dan karin) atas segala hiburan dan semangat yang diberikan selama 2 tahun ini.
- 17.Teman- teman kerja di BPS dan P.T Solid Gold semuanya (Mz jefri, Bu Sri, Mas Teddy, Mbak Aces, Pak Arif, Andy, Ito, mz Ivan,Pipink,dkk) makasih support, ilmu, pengalaman, dan hiburannya.

Penulis menyadari masih ada kekurangan dalam penulisan laporan ini.Untuk itu penulis mengharapkan kritik dan saran yang membangun dari semua pihak demi kesempurnaan penulisan Tugas Akhir ini.Akhirnya penulis berharap semoga laporan ini bermanfaat bagi semua pihak dan bisa menginspirasi untuk perkembangan penelitian lebih lanjut. Amiin.

Wassalamu'alaikumWr.Wb.

Surabaya, Juli 2012

Penulis

viii



HALAMAN HIDHL	
LEMBAR PENGESAHAN	iii
ABSTRAK	iv
ABSTRACT	V
KATA PENGANTAR	vi
DAFTAR ISI	ix
DAFTAR GAMBAR	xii
DAFTAR TABEL	XV
DAFTAR LAMPIRAN	xvi

BAB I PENDAHULUAN

1.1	Latar Belakang
1.2	Perumusan Masalah
1.3	Tujuan Penelitian
1.4	Batasan Masalah
1.5	Manfaat Penelitian
1.6	Sistematika Penulisan

BAB II TINJAUAN PUSTAKA

2.1	Barium M-Heksaferrit (BaFe ₁₂ O ₁₉)	.5
2.2	Senyawa-senyawa Penyusun Barium M-Hexaferrit	.7
	2.2.1 Barium Karbonat (BaCO ₃)	.7
	2.2.2 Iron (III) Cloride (FeCl ₃)	.8
	2.2.3 Zinc Oksida (ZnO)	.9
	2.2.4Besi (III) Oksida (Fe ₂ O ₃)	11
	2.2.5 Barium Oksida (BaO)	12
2.3	Pengaruh Substitusi Ion Dopan Zn	12
2.4	Sifat Kemagnetan Barium M-Hexaferrit	15
2.5	Metode Kopresipitasi	17
2.6	Teori Dasar pH	20
2.7	Deret Kereaktifan Logam	21
	2.7.1 Reaksi Pembentukan Endapan	21
	2.7.2 Pengaruh pH Terhadap Kereaktifan Ion	22

ix

2.8	Transformasi Fasa Barium Ferrit (BaFe ₁₂ O ₁₉)	25
BAI	B III METODOLOGI	
3.1	Peralatan dan Bahan	27
	3.1.1 Peralatan	27
	3.1.2 Bahan	27
3.2	Prosedur Kerja	27
	3.2.1 Sintesis BaFe _{11 4} Zn _{0.6} O ₁₉	27
	3.2.2 Analisis	29
3.3	Skema Keria Sintesis BaFe ₁₁₄ Zn ₀₆ O ₁₉	30
3.4	Karakterisasi Sampel	
211	3 4 1 Thermal Analysis	31
	3 4.2 Difraksi Sinar-X (XRD)	33
	3 4 2 Uii Scanning Electron Microscope (SEM)	
	3.4.3 Vibrating Sample Magnetometer (VSM)	

BAB IV ANALISA DATA DAN PEMBAHASAN

4.1 Proses Sintesis Serbuk Barium M-Hexaferrit
$(BaFe_{114}Zn_{0.6}O_{19})$
4.2 Karakterisasi Transformasi Fasa40
4.2.1 Analisa kurva DSC/TGA untuk pH = 141
4.2.2 Analisa kurva DSC/TGA untuk pH = 2
4.2.3 Analisa kurva DSC/TGA untuk pH = 3
4.2.4 Analisa kurva DSC/TGA untuk pH = 4
4.3 Analisis Mikrostruktur Fasa Barium M-Heksaferit
(BaFe ₁₂ Zn _{0.6} O ₁₉) dengan SEM
4.4 Identifikasi Kuantitatif dan Kualitatif Fasa Barium M-
Hexaferrit (BaFe _{11.4} Zn _{0.6} O ₁₉)
4.5 Identifikasi Kurva Histeresis dengan VSM
BAB V KESIMPULAN DAN SARAN
5.1 Kesimpulan
5.2 Saran
DAFTAR PUSTAKA
LAMPIRAN A

х

LAMPIRAN B	
LAMPIRAN C	
LAMPIRAN D	
BIOGRAFI	

xi

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1	Pola difraksi kristal beberapa tipe barium hexaferrit tipe-Y, tipe-W, tipe-U, tipe-M, tipe-	5
	Z, dan tipe X	
Gambar 2.2	Struktur kristal BaFe ₁₂ O ₁₉ dengan kode database 1008841CIF	6
Gambar 2.3	Struktur kristal BaCO ₃ dengan kode database 9006843 CIF	8
Gambar 2.4	Struktur kristal FeCl ₃ dengan kode database 9012000 CIF	9
Gambar 2.5	Struktur kristal ZnO dengan kode database 2300114 CIF	10
	Diagram histeresis material magnetik	
Gambar 2.6	Struktur kristal Fe ₂ O ₃ dengan kode database 9000139CIF	11
Gambar 2.7	Struktur kristal BaO dengan kode database 1011362 CIF Kurya saat proses magnetisasi	12
Gambar 2.8	Unit sel barium M-hexaferrit didasarkan pada dua formula BaFe ₁₂ O ₁₀	13
Gambar 2.9	Orentasi spin Fe ³⁺ pada setiap situs dan jumlah momen magnetik pada satu formula barium M- heksaferrit	14
Gambar 2.10	Arah domain-domain dalam bahan ferromagnetik sebelum diberi medan magnet luar dan sesudah diberi medan magnet luar	16
Gambar 2.11	Kurva histeresis magnetik Hard Magnet dan Soft magnet	17
Gambar 2.12	Perubahan ukuran partikel pada proses	18
Gambar 3.1	Skema keria pembuatan BaFeu (Zno (Ou)	30
Gambar 3.2	Seperangkat alat uji Thermal Analysis (TA) di Laboratorium Jurusan Fisika FMIPA	31
Gambar 3 3	Peralatan XRD di Riset Center ITS	33
Smilloui S.S	i stututui AND ui Miset Center 115	22

xii

Gambar 3.4	Seperangkat Peralatan Uji SEM	34
Gambar 3.5	Seperangkat alat uji Vibrating Sample Magnetometer (VSM) tipe OXFORD	35
C	VSMI.2H (DATAN)	38
Gambar 4.1	BaFe11,4Zn0,6O19 dengan metode kopresipitasi: a) larutan HCl; b) serbuk BaCO3 dalam larutan HCl; c) Serbuk BaCO3 dan Zn	30
	dalam larutan HCl; d) Serbuk BaCO3, Zn, dan	
	larutan serbuk FeCl3.6H2O dalam larutan HCl; e) Larutan setelah diendapkan dengan	
	NH4OH; f) Pembilasan dengan aquades; g) Serbuk BaFe11,4Zn0,6O19 setelah drying pada T=80°C selama 4 iam	
Gambar 4.2	Bagan proses sintesis BaFe _{11,4} Zn _{0,6} O ₁₉ dengan metode kopresipitasi	39
Gambar 4.3	Pengaruh pH HCl terhadap perubahan warna serbuk prekursor BaFe11 4Zn0.6O19 pada	40
	temperatur drying T=80°C selama 4 jam a) pH = 1; b) pH = 2; c) pH = 3; dan d) pH=4	
Gambar 4.4	Grafik DSC/TGA BaFe _{11,4} Zn _{0,6} O ₁₉ pada pH =1 dengan T= 80° C selama 4 jam	42
Gambar 4.5	Kurva TGA dan turunan pertama dari kurva	
	BaFe _{11,4} Zn _{0,6} O ₁₉ pada pH=1 dengan T=80°C	42
Gambar 4.6	Grafik DSC/TGA BaFe _{11,4} Zn _{0,6} O ₁₉ pada pH =2	
	dengan T=80°C selama 4 jam	44
Gambar 4.7	Kurva TGA dan turunan pertama dari kurva $BaFe_{11,4}Zn0_{,6}O_{19}$ pada pH=2 dengan T=80 ^o C	44
Gambar 4.8	Grafik DSC/TGA BaFe _{11,4} Zn _{0,6} O ₁₉ pada pH =3 dengan T= 80° C selama 4 iam	46
Gambar 4.9	Kurva TGA dan turunan pertama dari kurva	
	BaFe11,4Zn0,6O19 pada pH=3 dengan $T=80^{\circ}C$	46
Gambar 4.10	Grafik DSC/TGA BaFe _{11,4} Zn _{0,6} O ₁₉ pada pH =4 dengan T= 80° C selama 4 jam	48

, xiii

Gambar 4.11	Kurva TGA dan turunan pertama dari kurva BaFe11,4Zn0,6O19 pada pH=4 dengan	
	$T = 80^{\circ}C$	49
Gambar 4.12	Hasil spektrum EDX dari BAM	51
Gambar 4.13	Hasil backscatter dari PANi/BAM	52
Gambar 4.14	Hasil masing – masing backscatter elemen	52
Gambar 4.15	Foto SEM barium M-heksaferit dengan pH=1	52
	pada suhu 150 °C yang diambil dari 1 partikel	53
Gambar 4.16	Foto SEM barium M-heksaferit dengan pH=1 pada suhu 150 °C yang diambil dari partikel	
	vang bergerombol	53
Gambar 4.17	Pola difraksi XRD pada T=80°C untuk variasi	
	pH=1; 2; 3; dan 4 selama 4 jam.	58
Gambar 4.18	Pola difraksi XRD pada T=150°C untuk variasi	
	pH=1; 2; 3; dan 4 selama 4 jam.	59
Gambar 4.19	Grafik Perbandingan % BaM pada T=80°C dan	
	T=150°C selama 4 jam	63
Gambar 4.20	Grafik Perbandingan % Hematit (Fe ₂ O ₃) pada $T=80^{\circ}C$ dan $T=150^{\circ}C$ selama 4 jam	64
Gambar 4.21	Kurva histeresis pada pH 1 dengan T=150°C	65
Gambar 4.22	Kurva histeresis pada pH 2 dengan T=150°C	66
Gambar 4.23	Kurva histeresis pada pH 3 dengan T=150°C	67
Gambar 4.24	Kurva histeresis pada pH 4 dengan T=150°C	68
Gambar 4.25	Kurva histeresis BaFe11.4Zn0.6O19 dengan	
	variasi pH = 1,0–4,0	70

xiv

DAFTAR TABEL

Tabel 2.1	Sifat fisis dan kimia barium karbonat (BaCO ₃)	8
Tabel 2.2	Sifat fisis dan kimia Zinc dan beberapa persenyawaannya	10
Tabel 2.3	Kelarutan Beberapa Senyawa Ion dalam Air	21
Tabel 3.1	Komposisi masing-masing unsur penyusun BaFe _{11,4} Zn _{0,6} O ₁₉ pada pH 1, pH 2, pH 3, dan pH	
	4	29
Tabel 4.1	Hasil elemen-elemen EDX dari BAM	51
Tabel 4.2	Tabel hasil perhitungan ukuran kristal prekursor BaFe _{11,4} Zn _{0,6} O ₁₉ pada pH=1 dengan suhu <i>drying</i>	
	80°C.	55
Tabel 4.3	Tabel hasil perhitungan ukuran kristal prekursor	
	BaFe _{11,4} Zn _{0.6} O ₁₉ pada pH=1 dengan suhu	
	kalsinasi 150°C	55
Tabel 4.4	Tabel Persentase Barium M-Hexaferrite (BaM) dengan X'pert High Score Plus pada T=80°C dan T=150°C selama 4 jam pada variasi pH	
	vang berbeda	62
Tabel 4.5	Tabel Persentase Barium M-Heyaferrite dengan	02
	X'nert High Score Plus pada T=150°C selama 4	
	iam nada variasi nH vang berbeda	62
	Tabel Persentase Barium M-Heyaferrite nada	02
Tabel 4.6	konsentrasi 0.6 pada variasi pH 1 2 3 dan 4	
	dengan X'pert High Score Plus pada T=150°C	
	selama 4 jam	63
Tabel 4.7	Hasil pengujian sifat magnet pada suhu 150°C	71
	The second	

xv

DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran A	Perhitungan sintesis BaFe _{11,4} Zn _{0,6} O ₁₉	81
Lampiran B	Data Hasil Analisis Kuantitatif dengan	
	menggunakan software X'pert High Score Plus	87
Lampiran C	Perhitungan Ukuran Kristal	97
Lampiran D	Data Vibrating Sample Magnetometer (VSM)	101

BAB I PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Barium heksaferrit dengan stuktur heksagonal (BaFe12O19) 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 (Tang dkk, 2005). 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 absorbsinya 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 (Al³⁺ Ga³⁺, Co²⁺, Ti⁴⁺, Zn²⁺) (Rosler, 2003).

Penambahan ion dopan Zn diharapkan dapat mereduksi sifat anisotropik magnetik dari barium M-hexaferrit BaFe₁₂₋ $_xZn_xO_{19}$, 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 nm memberikan implikasi terhadap ketiga sifat kemagnetan dasar yaitu magnetisasi remanen, medan koersivitas, dan produk energi maksimum (Torihoran, 2002). 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+}

1

struktur M- heksaferrit untuk menggantikan ion Fe^{3+} . Substitusi ini memungkinkan karena dimensi ion Zn²⁺ (jari-jari ionik = 0,074 nm) mirip dengan dimensi Fe^{3+} (jari-jari ionik = 0,065 nm). Dengan demikian pensubstitusian ion doping Zn²⁺ terhadap Fe^{3+} diharapkan tidak merubah struktur kristalnya dan untuk menurunkan sifat kemagnetannya.

Mengacu dari hasil penelitian sebelumnya (Dian, 2011) komposisi fasa terbaik BaFe12-xZnxO19 diperoleh pada substitusi ion dopan Zn dengan konsentrasi (x=0,6) pada pemanasan T=100 °C dengan persentase terbentuknya barium M-haxaferrit sebesar 91,99%, sehingga pada penelitian ini menggunakan konsentrasi ion dopan (x=0,6) yang selanjutnya disebut (BaFe114Zn0.6O19). Homogenitas ion dari Ba2+ dan Fe3+ dalam suatu campuran adalah faktor kunci adanya transformasi fasa dari barium hexaferrite yang mana bentuk komplek dari ion metal dengan pelarut asam. Konsentrasi relatif dari Ba2+ dan Fe3+ pada proses kelarutan tergantung dari rata-rata variasi pH yang digunakan (Liu dkk,2009). Seperti kita ketahui, banyak faktor vang mempengaruhi karakteristik dari BAM, seperti metode sintesis, perbandingan dari ion Fe³⁺ dan Ba²⁺, perbandingan molar dari larutan asam terhadap ion logam, pH pada awal pelarutan, temperatur anneal, dan lain-lain (Zhengming, 2005). 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.

1.2 Perumusan Masalah

Berdasarkan latar belakang di atas, maka permasalahan yang akan dipecahkan dalam penelitian ini adalah:

- 1. Bagaimana sintesis barium M-heksaferrit (BaFe_{11,4}Zn_{0,6}O₁₉) dengan memvariasikan pH asam klorida?
- Bagaimana pengaruh variasi pH asam klorida terhadap perubahan fasa dan sifat kemagnetan dari barium Mheksaferrit (BaFe_{11,4}Zn_{0,6}O₁₉)?

2

3. Bagaimana mikrostuktur, ukuran kristal, dan dimensi partikel barium M-heksaferrit (BaFe_{11,4}Zn_{0,6}O₁₉) yang terbentuk?

1.3 Tujuan Penelitian

Dari perumusan masalah di atas, maka tujuan dari penelitian ini adalah:

- Mensintesis barium M-heksaferrit (BaFe_{11,4}Zn_{0,6}O₁₉) dengan memvariasikan pH asam klorida
- Mengetahui pengaruh variasi pH asam klorida terhadap perubahan fasa dan sifat kemagnetan dari barium Mheksaferrit (BaFe_{11.4}Zn_{0.6}O₁₉)
- 3. Mengetahui mikrostuktur, ukuran kristal, dan dimensi partikel barium M-heksaferrit (BaFe_{11,4}Zn_{0,6}O₁₉) yang terbentuk

1.4 Batasan Masalah

Pada penelitian ini permasalahan dibatasi antara lain:

- 1. Substitusi ion dopan Zn^{2+} dengan nilai variabel x = 0,6 pada material barium M-heksaferrit.
- pH pelarut asam klorida divariasikan menjadi pH 1, 2, 3, dan 4 dengan menggunakan temperatur *drying* 80°C dan temperatur kalsinasi 150°C masing- masing di *holding time* selama 4 jam.
- Metode sintesis yang digunkan menggunakan metode kopresipitasi.
- 4. Pengolahan data XRD dengan menggunakan program X'pert High Score Plus.
- 5. Sampel dikarakterisasi dengan Thermal Analysis (TA), X-Ray Diffractometer (XRD, Scanning Electron Microscope (SEM), dan Vibrating Sample Magnetometer (VSM).

1.5 Manfaat Penelitian

Penelitian ini diharapkan dapat menghasilkan material magnetik barium M-heksaferrit BaFe_{12-x}Zn_xO₁₉ sehingga dapat

diaplikasikan pada teknologi militer sebagai kamuflase gelombang penyerap radar.

1.6 Sistematika Penulisan

Sistematika penulisan Laporan Tugas Akhir terbagi menjadi lima bab sebagai berikut :

BABI PENDAHULUAN

Bagian ini berisi latar belakang, permasalahan, tujuan, batasan masalah, metodologi yang digunakan, serta sistematika penulisan.

BAB II DASAR TEORI

Pada bab ini berisi tentang kajian dari beberapa sumber yang mendukung pembuatan Tugas Akhir ini, meliputi teori-teori tentang konduktivitas, magnetisasi, polimerisasi dan daya penyerapan.

BAB III METODOLOGI PENELITIAN

Berisi tentang langkah- langkah penelitian, pengambilan data, karakterisasi bahan komposit, dan penyerapan elektromagnetik pada bahan.

BAB IV ANALISA DATA DAN PEMBAHASAN

Berisi tentang analisa data hasil karakterisasi sampel, data hasil penyerapan material antiradar dan pembahasannya.

BAB V KESIMPULAN

Berisi tentang kesimpulan dari tujuan penelitian dan saran.

BAB 2 KAJIAN PUSTAKA

2.1 Barium M-Hexaferrit (BaFe₁₂O₁₉)

Berdasarkan rumus kimia dan struktur kristalnya, barium heksaferit dikelompokkan menjadi 6 tipe yaitu M $(BaFe_{12}O_{19})$, Y $(BaMe_2Fe_{12}O_{22})$, W $(BaMe_2Fe_{16}O_{27})$, Z $(Ba_3Me_2Fe_{24}O_{41})$, X $(Ba_2Me_2Fe_{28}O_{46})$ dan U $(Ba_4Me_2Fe_{36}O_{60})$ (Ahmeda, 2008). M, Y, W, Z, X, dan U menyatakan tipe dari barium hexaferrit yang ditentukan oleh jumlah kandungan ion besi dan oksigen dalam senyawa. Sedangkan Me menyatakan suatu variabel yang bisa diganti dengan ion Zn, Ti, Co, Ga, Al, serta kation logam lainnya yang ukurannya hampir sama sesuai dengan sifat yang ingin dimunculkan. Hexagonal ferrit memiliki resistifitas. anisotropik magnetokristalin. dan magnetisasi saturasi yang tinggi, serta tegangan hilang dielektrik yang rendah pada stabilitas termal (Hahn, 2006). Adanya rumus kimia dan struktur kristal yang berbeda dari masing-masing tipe barium hexaferrit tentunya akan menghasilkan pola difraksi yang berbeda, seperti ditunjukkan pada Gambar 2.1.



Gambar 2.1 Pola difraksi kristal beberapa tipe barium hexaferrit a) tipe-Y (Bai,2003), b) tipe-W (CIF1008330), c) tipe-U (Dimri, 2011), d) tipe-M (CIF1008841), e) tipe-Z (Xu Jijing 2011), f) tipe X (Haijun, 2003).

5

Hexagonal ferrit dengan struktur magnetoplumbite sejak lama telah menarik perhatian peneliti. Nilai anisotropi magnetokristalin dan magnetisasi saturasi yang tinggi menjamin aplikasi ini. Struktur kristal yang paling banyak diteliti adalah BaFe₁₂O₁₉ dengan space group P63/mmc (Rosler, 2003). Struktur kristal ini adalah heksagonal (Gambar 2.2) dengan parameter kisi a = b = 5,892 Å, c = 23,183 Å, $\alpha = \beta = 90^{\circ}$, $\gamma = 120^{\circ}$ dengan kode database 1008841 mengacu pada data *crystallographic information file* (CIF) BaFe₁₂O₁₉.



Gambar 2.2 Struktur kristal BaFe₁₂O₁₉ dengan kode database 1008841CIF, (http://www.crystallography.net).

Dalam beberapa tahun terakhir, pembaharuan dari kepentingan hexagonal ferrit telah diinduksi dengan jenis aplikasi baru seperti magnet permanen, telekomunikasi, magneto-optical, media penyimpan data dan *electromagnetic shielding fields*. Sayangnya, medan koersivitas (Hc) terlalu tinggi untuk beberapa aplikasi baru. Untuk mengatasi masalah ini, ion besi dalam fasa-M bisa disubstitusi dengan kation logam lain yang ukurannya hampir sama (misalnya Al³⁺, Ga³⁺, Co²⁺, Ti⁴⁺, Zn²⁺). Sebagian besar, substitusi berlangsung secara serentak di spin-down dan spin-up *sublattices* mengakibatkan penurunan medan koersivitas dan konstanta anisotropik (Rosler, 2003).

Ferrit 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 (Habibi, 2006). Ferrit lunak mempunyai formula MeFe₂O₄, dimana Me =Cu, Zn, Ni, Co, Fe, Mn, Mg dengan struktur kristal seperti mineral spinel. Sifat bahan ini mempunyai permeabilitas dan hambatan jenis yang tinggi, medan koersivitas yang rendah. Ferrit keras adalah turunan dari struktur magnetoplumbit yang dapat ditulis sebagai MeFe₁₂O₁₉, dimana Me= Ba, Sr, Pb. Bahan ini mempunyai medan koersivitas dan magnetisasi remanen yang tinggi dan mempunyai struktur kristal heksagonal dengan momen-momen magnetik yang sejajar dengan sumbu c. Ferrit berstruktur garnet mempunyai magnetisasi spontan yang bergantung pada suhu secara khas. Strukturnya sangat rumit, berbentuk kubik dengan sel satuan disusun tidak kurang dari 160 atom.

2.2 Senyawa-senyawa Penyusun Barium M-Hexaferrit 2.2.1 Barium Karbonat (BaCO₃)

Barium karbonat atau dikenal dengan sebutan witherite, adalah senyawa kimia yang biasa digunakan sebagai bahan dasar racun tikus, cat, batu bata, gelas optik, bahan pembuatan keramik dan semen. Struktur kristal ini adalah orthorombik dengan tipe kristal witherite space group "p m c n" parameter kisi a = 5,269 Å, b = 8,838 Å, c = 5,999 Å, dan $\alpha = \beta = \gamma = 90^{\circ}$ (Gambar 2.3). Barium karbonat merupakan persenyawaan antara barium dan karbonat, yang memiliki sifat fisika dan kimia seperti pada Tabel 2.1.



Gambar 2.3 Struktur kristal BaCO₃ dengan kode *database* 9006843 CIF, (http://www.crystallography.net).

Tabel 2.1 Sifat Fisis dan Kimia Barium Karbonat (BaCO₃)

Sifat Fisis	Sifat Kimia
Berat molekul 197,37 gr/mol	Mempunyai kelarutan yang normal
Warna putih	Larut dalam air atau asam lemah
Titik lebur 1740°C	Terbentuk karena reaksi oleh asam karbonat yang berlebihan
Titik didih 1450°C	Terurai pada saat pendidihan larutan
Tersedia dalam jumlah yang sedikit di alam	Barium Karbonat digunakan untuk racun tikus

2.2.2 Iron (III) Cloride (FeCl₃)

Besi (III) klorida atau ferrit klorida adalah suatu senyawa kimia yang merupakan komoditas skala industri dengan rumus

kimia FeCl₃. Senyawa ini umumnya digunakan dalam pengolahan limbah, produksi air minum maupun sebagai katalis, baik dalam industri maupun laboratorium. Struktur kristal ini adalah trigonal dengan space group "R -3 H" parameter kisi a=b= 6,065 Å, c= 17,420 Å, $\alpha = \beta = 90^{\circ}$, dan $\gamma = 120^{\circ}$ (Gambar 2.4).



Gambar 2.4 Struktur kristal FeCl₃ dengan kode *databa*se 9012000 CIF, (http://www.crystallography.net).

Kebanyakan senyawa ini ditemukan dalam bentuk hidrat membentuk senyawa Iron (III) Cloride hexahidrate (FeCl_{3.6H2}O). FeCl_{3.6H2}O bersifat berbuih di udara lembab, karena munculnya HCl yang terhidrasi membentuk kabut. Bila dilarutkan dalam FeCl₃.6H₂O mengalami air. hidrolisis yang merupakan reaksi eksotermis (menghasilkan panas). Hidrolisis ini menghasilkan larutan vang kuning kecoklatan, asam, dan korosif yang digunakan sebagai koagulan pada pengolahan limbah dan produksi air minum. FeCl_{3.6H2}O memiliki titik lebur yang relatif rendah dan mendidih pada 315°C.

2.2.3 Zinc Oksida (ZnO)

Seng secara umum memiliki keadaan oksidasi +2. Ketika senyawa dengan keadaan oksidasi +2 terbentuk, elektron pada

kulit elektron terluar (s) akan terlepas, dan ion seng yang terbentuk akan memiliki konfigurasi $[Ar]3d^{10}$. Hal ini mengijinkan pembentukan empat ikatan kovalen dengan menerima empat pasangan elektron dan mematuhi kaidah oktet. Struktur kristal ini adalah heksagonal dengan tipe kristal wurtzite (Chiang, 1997), memiliki space group "P 63 m c" parameter kisi a = b = 3,219 Å, c = 5,149 Å, $\alpha = \beta = 90^{\circ}$, dan $\gamma =$ 120° (Gambar 2.5).





Seng merupakan logam yang berwarna putih kebiruan, berkilau, dan bersifat diamagnetik. Logam ini keras dan rapuh pada kebanyakan suhu, namun menjadi dapat ditempa antara 100 - 150°C. Di atas temperatur 210°C, logam ini kembali menjadi rapuh dan dapat dihancurkan menjadi serbuk dengan memukul- mukulnya. Secara umum seng memiliki sifat fisis dan kimia sebagai berikut.

Tabel 2.2 Sifat Fisis dan Kimia Zinc dan Beberapa Persenyawaannya.

Sifat Fisis	Sifat Kimia
Bersifat diamagnetik	Cukup reaktif
Titik lebur 419,53°C Titik didih 907 °C	Merupakan reduktor kuat Seng bereaksi dengan asam, basa, dan non-logam lainnya

Kalor lebur 7,32 kJ/mol, dan kalor uap123,60 kJ/mol	Dalam larutan basa lemah mengandung ion Zn
Kapasitas kalor (25°C) 25,39 J/(molK)	Mengandung ikatan seng-seng kovalen yang kuat pada suhu kamar

2.2.4 Besi (III) Oksida (Fe₂O₃)

Besi (III) oksida atau dikenal juga dengan nama bijih besi adalah salah satu senyawa oksida dari besi dengan rumus kimia Fe₂O₃ yang mempunyai sifat paramagnetik. Ada beberapa fasa besi (III) oksida, yaitu fasa α-Fe₂O₃, β-Fe₂O₃, γ-Fe₂O₃, dan ε-Fe₂O₃. Pada temperatur tinggi fasa α-Fe₂O₃ (hematite) merupakan fasa yang paling stabil dibandingkan dengan fasa lainnya. Struktur kristal ini adalah rombohedral (trigonal) dengan tipe kristal seperti corundum (α-Al₂O₃) (Chiang, 1997), memiliki space group "R -3 C H" parameter kisi a = b = 5,035 Å, c = 13,747 Å, $\alpha = \beta = 90^\circ$, dan $\gamma = 120^\circ$ (Gambar 2.6). Senyawa ini bersifat antiferromagnetik di bawah suhu ~260 K (suhu transisi Morin), dan ferromagnetik lemah antara 260 K dan 950 K (suhu Neel). Sifat magnetiknya dipengaruhi oleh banyak faktor, seperti tekanan, ukuran partikel, dan intensitas medan magnet



Gambar 2.6 Struktur kristal Fe₂O₃ dengan kode *database* 9000139CIF, (http://www.crystallography.net).

2.2.5 Barium Oksida (BaO)

Barium aksida terbentuk ketika tejadi dekomposisi pembentukan barium M-hexaferrit dari BaCO₃ yang terurai menjadi BaO dan CO₂. Atau bisa juga terbentuk dari rekomposisi BaFe₁₂O₁₉ (BaO.6Fe₂O₃) menjadi BaO dan 6Fe₂O₃. Struktur kristal ini adalah kubik dengan tipe kristal rocksalt (FCC) (Chiang, 1997), memiliki space group "F m -3 m" parameter kisi a = b = c = 5,496 Å, $\alpha = \beta = \gamma = 90^{\circ}$ (Gambar 2.7).



Gambar 2.7 Struktur kristal BaO dengan kode database 1011362 CIF, (http://www.crystallography.net).

2.3 Pengaruh Substitusi Ion Dopan Zn

Sebagian besar, substitusi ion dopan (Zn^{2+}) berlangsung secara serentak di spin-down dan spin-up *sublattices* yang digambarkan secara simbolis sebagai SRS*R*S, dimana R adalah lapisan ketiga blok (O₄-BaO₃-O₄) dengan komposisi BaFe₆O₁₁ dan S adalah *spinel-like* lapisan kedua blok (O₄-O₄) dengan komposisi Fe₆O₈²⁺ ditunjukkan pada Gambar 2.9. Asterix (*) menunjukkan bahwa sub-unit berotasi 180° mengelilingi sumbu heksagonal. Dalam struktur ini, kation besi didistribusikan dalam lima jenis situs yaitu tiga oktahedral (12k, 2a, 4f₂), satu tetrahedral (4f₁) dan satu situs pseudotetrahedral (trigonalbipyramidal) (2b).



Gambar 2.8 Unit sel barium M-hexaferrit didasarkan pada dua formula BaFe₁₂O₁₉ (Rosler, 2003).

Secara lebih selektif substitusi dengan ion diamagnetik, misalnya pada spin-down sublattices $(4f_1 \text{ atau } 4f_2)$ harus mengarah kepeningkatan magnetisasi saturasi Ms sesuai dengan formula:

$$Ms = 6?12k - 2?4f1 - 2?4f2 + ?2b + ?2a$$
(2.1),

Dimana (?) adalah sebuah momen magnetik ion Fe^{+3} (5µB pada 0 K) (Rosler, 2003). Satu unit sel pada Gambar 2.9 berisi 38 ion O^{2-} , 2 ion Ba²⁺, dan 24 ion Fe³⁺. Ion Fe³⁺ dalam 12k, 2a dan 2b (16 atom tiap satu unit sel) memiliki spin up, sedangkan ion Fe³⁺ dalam 4f₁ dan 4f₂ (8 atom tiap satu unit sel)

memiliki spin down, maka jumlah totalnya adalah 8 spin up (Gambar 2.9).



Gambar 2.9 Orentasi spin Fe³⁺ pada setiap situs dan jumlah momen magnetik pada satu formula barium M-heksaferrit (Ashiq, 2009).

Oleh karena itu, momen magnet total setiap satu unit sel (2 formula BaFe₁₂O₁₉) adalah 8 x 5 μ_B = 40 μ_B (Ashiq, 2009). Ketika substitusi ion dopan Zn pada ion Fe dilakukan, maka konsentrasi ion dopan akan sangat menentukan momen magnet total material yang terbentuk. Zink dalam bentuk ion Zn2+ dengan konfigurasi elektron [Ar]13d10 masing-masing memiliki momen magnet total 0 up. Ini artinya bahwa adanya ion dopan Zn pada ion Fe^{3+} (momen magnet totalnya 5µ_B) berpotensi miningkatkan magnetisasi saturasi yang berakibat pada anisotropik menurunnya medan koersivitas dan sifat magnetokristalinnya mengikuti persamaan:

Hc = 2K/Ms(2.2),

Dengan K adalah konstanta anisotropik, Hc adalah medan koersivitas dan Ms adalah magnetisasi saturasi (Saragih, 2005). Substitusi ion terjadi apabila terjadi perpindahan atom yang memiliki ukuran yang relatif sama atau lebih kecil 15% dari atom induknya, atom dapat berpindah jika terdapat kekosongan (vacancy dan memiliki energi vibrasi yang cukup untuk melewati energi hambat. Ion Zn pada barium M-hexaferrit juga berpengaruh pada parameter kisi dan temperatur curie dari material tersebut. Menyusupnya ion Zn^{2+} pada struktur Mheksagonal menggantikan ion Fe³⁺ namun tidak merubah stuktur kristal yang sudah ada, kehadiran Zn^{2+} ini untuk menurunkan sifat kemagnetan barium M-hexaferrit sehingga sifatnya menjadi lebih lunak. Penambahan Zn^{2+} dengan momen magnet yang lebih rendah akan mereduksi sifat magnetik ferrit (Triwikantoro dkk, 2009).

lon Zn pada stokiometri barium M-heksaferit diharapkan dapat mengurangi kerugian pada saat energinya tinggi sehingga dapat mempermudah media perekam magnetik menjadi lebih lunak dan diharapkan dapat bersifat *soft magnetic*. Penggantian ion besi magnetik oleh ion seng nonmagnetik dalam satu spindown *sublattice* dan penggantian ion besi yang sama dengan ion titanium dalam satu spin-up dan satu spin-down *sublattice* menyebabkan peningkatan magnetisasi saturasi (Ms) dengan meningkatkan substitusi x. Sampel dengan tingkat substitusi x >0,8 menunjukkan penurunan yang kuat dari Ms karena perusakan jalur interaksi *superexchange* yang dikenal sebagai dilusi magnet oleh ion nonmagnetik. Efek ini mengatasi kenaikan lebih lanjut yang diharapkan dari Ms (Rosler, 2003).

2.4 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 ionion yang tidak saling menghilangkan secara sempurna. Momen magnetik yang dapat saling menghilangkan ini terjadi akibat dari terbentuknya persejajaran anti-paralel. Secara teori, barium Mhexaferrit memiliki magnetisasi saturasi (Ms) sebesar 72 emu/g, nilai medan koersivitas (Hc) sebesar 6.700 Oe dan temperatur Curie sebesar 450°C (Zainuri, 2010).

Bahan ferrimagnetik atau ferromagnetik sebelum diberi medan magnet luar mempunyai domain yang momen magnetiknya kuat, tetapi momen magnetik ini mempunyai arah yang berbeda-beda dari satu domain ke domain yang lain sehingga medan magnet yang dihasilkan tiap domain saling meniadakan (Gambar 2.10 a).





Bahan ini jika diberi medan magnet dari luar, maka domain-domain ini akan mensejajarkan diri searah dengan medan magnet dari luar (Gambar 2.10 (b)). Semakin kuat medan magnetnya semakin banyak domain-domain yang mensejajarkan dirinya. Akibatnya medan magnet dalam bahan ferromagnetik akan semakin kuat. Setelah seluruh domain terarahkan, penambahan medan magnet luar tidak memberi pengaruh karena tidak ada lagi domain yang disearahkan. Keadaan ini dinamakan keadaan jenuh atau keadaan saturasi. Besaran-besaran penting dalam menentukan sifat magnetik berdasarkan kurva histeresis adalah magnetik saturasi (Ms), medan koersivitas (Hc) dan magnetisasi remanen (Mr) (Perdana, 2009) ditunjukkan pada Gambar 2.11.

Nilai magnetisasi saturasi atau dikenal dengan magnetisasi jenuh menunjukkan kemampuan partikel nano untuk mempertahankan kesearahan domain-domain magnetiknya ketika masih dikenai medan magnet luar. Medan koersivitas merupakan besarnya medan magnet balik yang dibutuhkan untuk memilih magnetisasinya bernilai nol.

Semakin besar nilainya semakin kuat pula sifat kemagnetannya. Sedangkan magnetisasi remanen adalah remanensi magnet yang tersisa di dalam bahan setelah pengaruh medan magnet luar ditiadakan.



Gambar 2.11 Kurva histeresis magnetik (a) Hard magnet (b) Soft magnet.

2.5 Metode Kopresipitasi

Sintesis bahan pada penelitian ini adalah dengan menggunakan metode kopresipitasi. Metode kopresipitasi (pengendapan) adalah salah satu jenis teknik fabrikasi dengan cara kimia. Kopresipitasi merupakan salah satu metode basah yang melibatkan reaksi kimia di dalamnya dan digunakan dalam fabrikasi serbuk nanokristalin Al_2O_3 , MgO, $MgAl_2O_4$, $BaFe_{12}O_{19}$, dan serbuk keramik lainnya.

Pada metode tersebut, serbuk dasar dilarutkan dalam larutan asam kuat dan dihasilkan produk garam metal. Kemudian ditambahkan larutan basa sedikit demi sedikit sambil diaduk untuk menghasilkan endapan BaFe₁₂O₁₉ yang memiliki homogenitas tinggi. Homogenitas larutan ditentukan oleh lamanya bahan bereaksi dan temperatur yang digunakan. Hasil endapan tersebut selanjutnya disaring dan dibilas dengan aquades untuk menghilangkan sisa asam dan kotoran lainnya. Biasanya digunakan senyawa-senyawa karbonat sebagai bahan pengendap

yaitu NaOH. Hanya saja kerugiannya adalah kation-kation Na dapat diabsorpsi oleh endapan hidroksida, sedangkan pencucian untuk membebaskan endapan dari kation-kation ini sangat sulit dilakukan. Pengotoran seperti ini yang menurunkan mutu alumina yang dibuat. Penggunaan NH₄OH lebih menguntungkan, karena sisa NH₄OH yang mengotori endapan dapat dihilangkan dengan jalan memanaskan endapan pada suhu tinggi.

Pada dasarnya terdapat aturan umum yang menyatakan bahwa suatu partikel bulat haruslah berdiameter lebih besar dari $\pm 10^{-4}$ cm agar mengendap di dalam larutan sebagai endapan. Partikel dengan garis tengah 10^{-4} sampai dengan 10^{-7} cm disebut koloid. Proses pengendapan ditunjukkan pada Gambar 2.12. Jika beberapa koloid berkoagulasi mengangkut turun sejumlah besar air maka akan menghasilkan endapan mirip selai yang disebut gel atau hidrogel dengan air sebagai pelarutnya. Secara kimia, serbuk yang dipresipitasi mempunyai kemurnian yang tinggi, ukuran partikel kecil dan kecenderungan untuk beraglomerasi.



Gambar 2.12 Perubahan ukuran partikel pada proses pengendapan (Day, 1989).

Reaksi yang terjadi pada pembentukan endapan $BaFe_{12}O_{19}$ pada proses kopresipitasi adalah sebagai berikut :

$$BaCO_{3}(s) + 2HCl(l) \rightarrow BaCl_{2} + H_{2}CO_{3}$$

$$12FeCl_{3}.6H_{2}O + 12H_{2}O \rightarrow 12FeCl_{3} + 84H_{2}O$$

$$(2.4),$$

$$BaCl_{2} + 12FeCl_{2} + H_{2}O \rightarrow 12FeCl_{3} + 84H_{2}O$$

$$(2.4),$$

$$BaCl_{2} + 12FeCl_{3} + H_{2}CO_{3} + H_{2}O + HCl + 39NH_{4}OH$$
(2.5),

$$\rightarrow BaFe_{12}O_{19} + 39NH_{4}Cl + 22H_{2}O + CO_{2}$$

Senyawa-senyawa karbonat dapat digunakan sebagai bahan pengendap, biasanya digunakan NaOH. Akan tetapi kerugiannya adalah kation-kation Na⁺ dapat diabsorbsi oleh endapan hidroksida, sedangkan pencucian untuk membebaskan endapan dari kation-kation ini sangat sulit dilakukan. Pengotoran seperti ini yang menurunkan mutu spinel yang dihasilkan. Penggunan NH₄OH lebih menguntungkan karena sisa NH₄OH yang mengotori endapan dapat dihilangkan dengan jalan memanaskan endapan. Beberapa faktor yang perlu diperhatikan dalam proses pengendapan diantarnya:

- 1. Pengendapan harus dilakukan dalam larutan encer, yang bertujuan untuk memperkecil kesalahan akibat kopresipitasi.
- 2. Pereaksi dicampurkan perlahan-lahan dan teratur dengan pengadukan yang tetap, yang berguna untuk pertumbuhan kristal yang teratur. Untuk kesempurnaan reaksi, pereaksi harus berlebih serta urutan pencampuran harus teratur dan sama.
- 3. Pengendapan harus dilakukan pada larutan panas sebab kelarutan akan meningkatkan dengan bertambahnya temperatur.
- 4. Endapan kristal yang terbentuk dalam waktu yang lama.
- 5. Endapan harus dicuci dengan larutan yang encer dan berulang-ulang agar pengotor betul-betul hilang.

kopresipitasi memiliki dengan metode Penggunaan keunggulan dibandingkan dengan metode konvensional yang lain, yaitu tingkat kemurnian yang tinggi, proses pengendapannya sangat sederhana sehingga memudahkan dalam pemisahannya pada temperatur rendah, waktu yang dibutuhkan relatif cepat serta dengan peralatan yang sederhana dan membutuhkan biaya yang relatif murah. Kelarutan zat diharapkan dapat melewati masa larutan jenuh dimana konsentrasi zat terlarut lebih besar dibandingkan keadaan kesetimbangan sistem yang akan menghasilkan pembentuk inti kristal. Proses ini memungkinkan untuk menghasilkan serbuk dengan ukuran kristal (Kamariyah, 2007).

2.6 Teori Dasar pH

pH atau derajat keasaman digunakan untuk menyatakan tingkat keasaaman atau basa yang dimiliki oleh suatu zat, larutan atau benda. pH normal memiliki nilai 7 sementara bila nilai pH > 7 menunjukkan zat tersebut memiliki sifat basa sedangkan nilai pH < 7 menunjukkan keasaman. pH 0 menunjukkan derajat keasaman yang tinggi, dan pH 14 menunjukkan derajat kebasaan tertinggi. Umumnya indikator sederhana yang digunakan adalah kertas lakmus yang berubah menjadi merah bila keasamannya tinggi dan biru bila keasamannya rendah.

Istilah pH berasal dari "p", lambang matematika dari negative logaritma, dan "H", lambang kimia untuk unsur Hidrogen. Defenisi yang formal tentang pH adalah negatif logaritma dari aktivitas ion Hidrogen. pH adalah singkatan dari power of Hydrogen.

 $pH = -log[H^+]$

(2.6),

Nilai pH dapat dihitung dari konsentrasi molaritas dari ion hidrogen yang larut dalam air, sedangkan angka pH diperoleh dari negatif logaritma dari molaritas konsentrasi ion hidogen. Penambahan senyawa ion H⁺ terlarut dari suatu asam akan
mendesak kesetimbangan ke kiri (ion OH akan diikat oleh H⁺ membentuk air). Akibatnya terjadi kelebihan ion hidrogen dan meningkatkan konsentrasinya. Pengukuran pH dapat dilakukan dengan indikator universal (kertas lakmus) dan pH meter (Rufi'ati,2011).

2.7 Deret Kereaktifan Logam

Li-Ba-Ca-Na-Mg-Al-Zn-Cr-Fe-Ni-Sn-Pb-(H)-Cu-Hg-Ag-Pt-Au

Paling reaktif

-

Kurang reaktif

Kereaktifan logam tergantung pada kemudahannya untuk melepaskan elektron. Unsur-unsur di sebelah kiri hidrogen lebih reaktif daripada unsur-unsur di sebelah kanan hidrogen.

2.7.1 Reaksi Pembentukan Endapan

Semua asam mudah larut dalam air, sedangkan basa dan garam ada yang mudah larut, ada pula yang sukar larut dalam air. Semua garam natrium, kalium, amonium, nitrat dan asetat mudah larut dalam air. Jika 2 larutan elektrolit direaksikan dan dimungkinkan bertemunya 2 ion yang dapat menghasilkan senyawa yang sukar larut, maka senyawa tersebut akan mengendap.

Contoh :

Reaksi ion lengkap: Ba²⁺_(aq) + 2Cl⁻_(aq) + 2Na⁺_(aq) + SO₄²⁻_(aq) \longrightarrow BaSO_{4(s)}+2NaCl_(aq)

No	Senyawa	Kelarutan	Keterangan
1	Nitrat (NO3 ⁻)	Semua larut	
2	Asetat (CH ₃ COO ⁻)	Semua larut	Kecuali Ag ⁺ ;Hg ₂ ²⁺ ;Bi ³⁺
3	Klorida (Cl ⁻)	Semua larut	Kecuali Ag ⁺ ;Hg ₂ ²⁺ ;Pb ²⁺ ;Cu ⁺

Tabel 2.3 Kelarutan Beberapa Senvawa Ion dalam Air

4	Bromida (Br ⁻)	Semua larut	Kecuali Ag ⁺ ;Hg ₂ ²⁺ ;Pb ²⁺
5	Iodida (Г)	Semua larut	Kecuali Ag ⁺ ; Hg ₂ ²⁺ ;Pb ²⁺ ; Bi ³⁺
6	Sulfat (SO ₄ ²⁻)	Semua larut	Kecuali Pb ²⁺ ;Ba ²⁺ ;Sr ²⁺ ;Ca ²⁺
7	Klorat (ClO ₃ ⁻)	Semua larut	and the second s
8	$Na^+; K^+; NH_4^+$	Semua larut	
9	PbCl ₂ ; PbBr ₂ ; PbI ₂	Mudah larut dalam air panas	-14-47 1 1- Dal
10	Sulfida (S ²⁻)	Semua tidak larut	Semua sulfida dari IA dan IIA kecuali Be; NH_4^+
11	Fosfat (PO ₄ ³⁻)	Semua tidak larut	Kecuali Na ⁺ ; K ⁺ ; NH ₄ ⁺
12	Karbonat (CO ₃ ²⁻)	Semua tidak larut	Kecuali Na ⁺ ; K ⁺ ; NH ₄ ⁺
13	Oksalat ($C_2O_4^{2-}$)	Semua tidak larut	Kecuali Na ⁺ ; K ⁺ ; NH ₄ ⁺
14	Oksida (O ²⁻)	Semua tidak larut	Kecuali Na ⁺ ; K ⁺ ; Ba ²⁺ ; Sr ²⁺ ; Ca ²⁺
15	Hidroksida (OH)	Semua tidak. larut	Kecuali Na ⁺ ; K ⁺ ; Ba ²⁺ ; Sr ²⁺ ; Ca ²⁺ ; NH ₄ ⁺

2.7.2 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 dan CO_3 (Han, 2006;

Montez, 2007; Kedra, 2009). Perbandingan kedua ion ini dinyatakan sebagai supersaturasi:

$$S \approx \sqrt{\frac{[Ba^{2+}][CO_3^{2-}]}{Ksp}}$$
(2.9),

dengan S dan Ksp 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 hexaferrite yang mana bentuk komplek 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 (Liu dkk,2009). 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 (Zhengming, 2005).

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 BaCO₃, Zn, FeCl₃.6H₂O. 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.

HCl merupakan salah satu contok elektrolit kuat dan jenis asam kuat. HCl akan terionisasi sempurna membentuk ion- ion nya.

Reaksi ini biasa dituliskan:

 $\begin{array}{ccc} HCl_{(aq)} & \longrightarrow & H^+ + C\Gamma_{(aq)} \\ HCl_{(a)} + 2H2O_{(l)} & \longrightarrow & H_3O^+_{(aq)} + C\Gamma_{(aq)} \end{array}$

Air memberikan sumbangan ion H^+ dan OH sebagai hasil ionisasi air. Apabila konsentrasi sangat kecil maka ion H^+ (HCl) akan menggeser posisi kesetimbangan air ke arah pembentukan molekul air.

Kelarutan suatu bahan dalam suatu pelarut tertentu menunjukkan konsentrasi maksimum larutan yang dapat dibuat dari bahan dan pelarut tersebut. Bila suatu pelarut pada suhu tertentu melarutkan semua zat terlarut sampai batas daya melarutkannya, larutan ini disebut larutan jenuh. Faktor-faktor yang mempengaruhi kelarutan adalah temperatur, sifat alami pelarut, bentuk dan ukuran partikel, pengaruh ion sejenis, pengaruh hidrolisis, dan pengaruh ion kompleks.

2.7.2.1Temperatur

Kelarutan semakin meningkat dengan naiknya suhu, jadi dengan meningkatnya suhu maka pembentukan endapan akan berkurang disebabkan banyak endapan yang berada pada larutannya.

2.7.2.2 Sifat alami pelarut

Garam anorganik mudah larut dalam air dibandingkan dengan pelarut organik seperti alkohol atau asam asetat. Perbedaan kelarutan suatu zat dalam pelarut organik dapat dipergunakan untuk memisahkan campuran antara dua zat. Setiap pelarut memiliki kapasitas yang berbeda dalam melarutkan suatau zat, begitu juga dengan zat yang berbeda memiliki kelarutan yang berbeda pada pelarut tertentu. Karena tidak semua bahan dapat larut sempurna meskipun dilarutkan dalam asam kuat seperti HCl.

2.7.2.3Pengaruh ion sejenis

Kelarutan endapan akan berkurang jika dilarutkan dalam larutan yang mengandung ion sejenis dibandingkan

dalam air saja. Sebagai contoh kelarutan FeCl₃ akan menjadi kecil jika kita larutkan dalam larutan NH₄OH dibanding dengan kita melarutkannya dalam air, hal ini disebabkan dalam larutan NH₄OH sudah terdapat ion sejenis yaitu OH sehingga akan mengurangi konsentrasi FeCl₃ yang akan terlarut. Efek ini biasanya dipakai untuk mencuci endapan dalam metode gravimetri.

2.7.3.4 Pengaruh pH

Kelarutan endapan garam misalakan BaCl₂, feroclorida, Fe₂Cl₃, BaCl₂, FeCl yang mengandung anion dari asam lemah dipengaruhi oleh pH, hal ini disebabkan karena penggabungan proton dengan anion endapannya.

2.7.3.5 Pengaruh hidrolisis

Jika garam dari asam lemah dilarutkan dalam air maka akan dihasilkan perubahan konsentrasi H⁺ dimana hal ini akan menyebabkan kation garam tersebut mengalami hidrolisis dan hal ini akan meningkatkan kelarutan garam tersebut.

2.7.3.6 Pengaruh ion kompleks

Sifat larutan berbeda dengan sifat pelarut murninya. Terdapat empat sifat fisis yang penting yang besarnya bergantung pada banyaknya partikel zat terlarut tetapi tidak bergantung pada jenis zat terlarutnya. Keempat sifat ini dikenal dengan sifat koligatif larutan. Sifat ini besarnya berbanding lurus dengan jumlah partikel zat terlarut. Sifat koligatif tersebut adalah tekanan uap, titik didih, titik beku, dan tekanan osmosis (Rufi'ati, 2011).

2.8 Transformasi Fasa Barium Ferrit (BaFe₁₂O₁₉)

Dalam bentuk oksida, elemen Zn lebih cenderung membentuk ZnO sedangkan Fe akan membentuk Fe_2O_3 (hematit). Dari oksida- oksida yang terbentuk tersebut dapat dipastikan bahwa bilangan oksidasi dari ion Fe yang mungkin adalah +3 (Fe³⁺), sedangkan ion dopan Zn memiliki bilangan

oksidasi Zn+2. Hal tersebut memungkinan dapat terjadi mengingat jari-jari ion yang hampir sama yaitu Fe3+ dengan jari-jari 0.065 nm dan Zn²⁺ dengan jari-jari yang hampir sama 0,074 nm (Chiang, 1997). Dari tinjauan jari-jari ion yang tersubstitusi dan yang mensubstitusi, kemungkinan akan terjadi perubahan dimensi partikel seiring dengan meningkatnya substitusi.Perilaku tersebut bisa diamati pada hasil analisis XRD maupun mikrostrukturnya. Proses transformasi fasa pada proses sintering melalui mekanisme difusi subtitutional ionik memungkinkan terjadinya transformasi dari hematit, barium oksida, dan oksida lainya (BaO.6Fe₂O₃) menjadi barium M-hexaferrit BaFe_{12-x}Zn_xO₁₉. Ada beberapa fasa besi (III) oksida, yaitu fasa a-Fe2O3, B-Fe2O3, y-Fe2O3, dan e-Fe2O3. Pada temperatur tinggi fasa a-Fe₂O₃ (hematite) merupakan fasa yang paling stabil dibandingkan dengan fasa lainnya.

2. And the second devices the property of the rest of the property of the rest property of the rest of the rest

A TENNICE MALE IN THE ACCOUNT OF THE ACCOUNT OF THE

Introduction the conservation the share and interview to the second state of the secon

BAB III METODOLOGI PENELITIAN

3.1 Peralatan dan Bahan

3.1.1 Peralatan

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 mikrostuktur, dan Vibrating Sample Magnetometer (VSM) untuk mengetahui sifat kemagnetannya.

3.1.2 Bahan

Bahan utama yang digunakan dalam sintesis barium Mheksaferrit BaFe_{11,4}Zn_{0,6}O₁₉ adalah barium karbonat (BaCO₃), *Iron (III) Cloride Hexahidrate* (FeCl₃.6H₂O), Zn, larutan HCl, NH₄OH dipakai dalam sintesis dengan metode kopresipitasi, dan aquades digunakan sebagai bahan pencuci dalam proses kopresipitasi.

3.2 Prosedur Kerja

3.2.1 Sintesis BaFe_{11,4}Zn_{0,6}O₁₉

Langkah-langkah mensintesis $BaFe_{11,4}Zn_{0,6}O_{19}$ dengan konsentrasi untuk nilai x =0,6 untuk variasi pH pelarut yaitu pH 1, pH 2, pH 3, dan pH4 adalah sebagai berikut:

 Sintesis BaFe_{11,4}Zn_{0,6}O₁₉ dibuat dengan metode kopresipitasi. Zn (*powder*) dilarutkan dalam HCl pada suhu ~ 70° C dan diaduk/*disirring* sekitar 1 jam menit dalam *magnetic stirrer*.

27

Untuk pH 1,2,3, dan 4 dilakukan proses pengenceran HCl dengan merubah molaritasnya sesuai dengan pH yang akan divariasikan.

- 2. Setelah larutan berwarna bening ditambahkan barium karbonat (BaCO₃) sampai terlarut sempurna (bening dan tidak terdapat endapan) sekitar 1 jam, kemudian ditambahkan *Iron (III) Cloride Hexahidrate* (FeCl₃.6H₂O) dan *distirring* sekitar 1 jam hingga terlarut sempurna. Kemudian ditambahkan larutan pengendap NH₄OH dengan burret sekitar 1 jam, sehingga endapan diperoleh dengan homogenitas yang tinggi. Kemudian sampel (pasta) dibiarkan mengendap dan didinginkan, setelah itu dicuci dengan aquades dan disaring dengan kertas saring hingga pH netral (pH = 7) sehingga bersih dari pengotornya.
- 3. Material hasil endapan ini dikeringkan/drying untuk menghilangkan kandungan H₂O dan liquid nya di dalam oven pada suhu 80° C selama 4 jam. 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 mikrostuktur, dan Vibrating Sample Magnetometer (VSM) untuk mengetahui sifat kemagnetannya.

Dalam melakukan sintesis barium M-heksaferrit dengan konsentrasi (x=0,6) BaFe_{11,4}Zn_{0,6}O₁₉, komposisi masing-masing unsur dihitung mengikuti persamaan reaksi kimia sebagai berikut:

28

 $11,4FeCl_{3} + BaCl_{2} + 78,6H_{2}O + H_{2}CO_{3} + 0,6ZnCl_{2} + 37,4NH_{4}OH \\ \longrightarrow BaFe_{11,4}Zn_{0,6}O_{19} + 37,4 NH_{4}Cl + 98 H_{2}O + CO_{2} + 0,3 H_{2} \\ ...(3.4)$

Berdasarkan persamaan (3.1), (3.2), (3.3), (3.4) maka komposisi unsur/senyawa yang diperlukan dapat ditentukan seperti pada Tabel 3.1.

Tabel 3.1	Komposisi	Masing-Masi	ing	Unsur	Penyusun
	BaFe _{11,4} Zn _{0,0}	O19 pada pH	1, pH	2, pH 3,	dan pH 4

рH	Unsur/sen	yawa yang (gram)	diperlukan	L di	arutan ya perlukan (ng (ml)	Senyawa yang
PII	FeCl ₃ .6H ₂ O	BaCO ₃	Zn	HCI	NHOH	H ₂ O	terbentuk
1	27,589	1,766	0,351	2,3785	51,5	1,839	BaFe11,4 Zn0,6O19
2	27,589	1,766	0,351	2,3744	51,5	1,839	BaFe _{11,4} Zn _{0,6} O ₁₉
3	27,589	1,766	0,351	2,3740	51,5	1,839	BaFe _{11,4} Zn _{0,6} O ₁₉
4	27,589	1,766	0,351	2,3740	51,5	1,839	BaFe11,4 Zn0,6O19

3.2.2 Analisis

- a. Dilakukan analisis Thermal Analysis (TA)
- b. Dilakukan analisis X-Ray Diffractometer (XRD)
- c. Dilakukan analisis Scanning Electron Microscope (SEM)
- d. Dilakukan analisis Vibrating Sample Magnetometer (VSM)



Gambar 3.1 Skema kerja pembuatan BaFe11,4Zn0,6O19.

3.4 Karakterisasi Sampel

3.4.1 Thermal Analysis (TA)

Analisis *thermal* merupakan proses menganalisa kejadian-kejadian dari suatu bahan yang diberi perlakuan panas. Kejadian-kejadian tersebut bisa berupa pengurangan/pertambahan massa, penyerapan/pengeluaran energi dan perubahan struktur. Hal ini bisa disebabkan oleh reaksi kimia atau perubahan besaran fisis (Suasmoro, 2000). Analisis ini dilakukan pada temperatur 30-1200°C selama 2 jam di Laboratorium Robotika ITS Surabaya. Analisis *thermal* ini bertujuan untuk mengetahui perubahan massa (TGA) dan perubahan panas (DSC) seiring dengan meningkatnya temperatur.

Metode TGA merupakan prosdur yang cukup banyak dilakukan dalam karakterisasi bahan. Pada prinsipnya metode ini mengukur berkurangnya massa material ketika dipanaskan dari suhu kamar sampai suhu tinggi, yang biasanya sekitar 900°C. Alat ini (Gambar 3.1) di dalamnya dilengkapi dengan timbangan mikro sehingga secara otomatis dapat merekam berat samel setiap saat dan disajikan dalam tampilan grafik. Hasil pencatatan perubahan massa oleh TGA dapat dipergunakan untuk menganalisis kinetika suatu reaksi dekomposisi.



Gambar 3.2 Seperangkat alat uji *Thermal Analysis (TA)* di Laboratorium Jurusan Fisika FMIPA Universitas Negeri Malang.

Metode Differential Scanning Calorimetry (DSC) menggunakan kalorimetri karena cepat, mudah, dan hanya menggunakan sampel dalam jumlah yang sangat sedikit. Alat DSC mengukur perbedaan aliran panas antara sampel dan pembanding (referen). Sampel yang digunakan jumlahnya cukup kecil (0,5 hingga 100 mg) dan diletakkan pada wadah sampel. Tempat sampel sebagian besar terbuat dari alumunium. Ketika sampel diletakan pada sel DSC, gas yang bersih ditambahkan dan suhu diatur menjadi $10 - 40^{\circ}$ C di bawah titik data pertama karena DSC membutuhkan 1 hingga 2 menit untuk mencapai laju pemanasan yang seimbang. Sebagian besar DSC komersial dapat digunakan pada suhu rendah (sekitar -150° C) dan batas suhunya mencapai 700° C. Sebagian besar DSC komersial saat ini menggunakan komputer untuk mengatur program suhu, mengkontrol DSC selama pemanasan, dan mengumpulkan data.

Dalam DSC perbedaan panas mengalir ke sampel dan referen/pembanding pada suhu yang sama, dicatat sebagai fungsi suhu. Referen adalah bahan inert seperti alumina, atau hanya sebuah panci alumunium kosong. Suhu dari kedua sampel dan aliran panas setara dengan perubahan entalpi.

Informasi yang dapat diperoleh dari kurva DSC yang pertama adalah suhu dimana suatu proses tertentu terjadi, misalnya titik leleh polimer. Suhu dimana suatu reaksi, seperti dekomposisi merupakan parameter penting lainnya. Puncak suhu dikaitkan dengan suhu dimana laju reaksi maksimum terjadi.DSC mirip dengan DTA. Sampel dan *referen* inert juga digunakan pada DSC namun sel-nya didesain secara berbeda. Pada beberapa sel DSC, sampel dan referen dipertahankan pada suhu sama selama program pemanasan. Dalam hal ini, input panas ekstra ke sampel (atau ke *referen* bila sampel mengalami perubahan eksoterik) yang diperlukan untuk menjaga keseimbangan, akan diukur. Pada sel DSC lain, perubahan suhu antara sampel dan *referen* diukur seperti halnya DTA, namun dengan pengaturan tertentu pada desain sel, respon yang dihasilkan adalah kalorimetrik. Selain itu, pada instrumen juga terdapat *Single Diferential Thermal Analysis* (sDTA). Fungsi sDTA serupa dengan DSC, dimana mengukur perubahan suhu sampel terhadap suhu furnis yang terjadi selama pengukuran berlangsung karena adanya penyerapan atau pelepasan energi (pelelehan, penguapan, dan dekomposisi) oleh sampel.

3.4.2 Difraksi sinar-X (XRD)

Pengujian dengan XRD dilakukan untuk mengidentifikasi phasa yang terbentuk dari hasil sintesis. Dari pola difraksi dapat diperkirakan ada tidaknya fasa kristal atau masih amorf. Fasa kristal ditunjukkan dengan adanya puncak-puncak difraksi sedangkan fasa amorf ditunjukkan dengan pola difraksi yang berbentuk punuk atau intensitas latar yang tidak teratur.

Identifikasi fasa sampel hasil sintesis dilakukan dengan melakukan pengujian difraksi sinar-x Tipe *Philips X'Pert* MPD (*Multi Purpose Diffractometer*) di Laboratorium Difraksi Sinar-X *RC* (*Research Center*) LPPM ITS Surabaya. Pengukuran ini akan dilakukan pada tegangan 40 kV dan arus 30 mA dengan menggunakan target Cu (λ =1,54056 Å).



Gambar 3.3 Peralatan XRD di Riset Center ITS.

Untuk mengetahui karakter fisis material secara kuantitatif berdasarkan data difraksi sinar-X, maka dilakukan analisis Rietveld (Rietveld, 1969). Material akan dikarakterisasi dengan menggunakan perangkat lunak *Rietica* yang berbasis pada penghalusan *Rietveld*. Metode *Rietveld* adalah metode penghalusan (*refinement*) yang menggunakan metode pencocokan pola difraksi terhitung atau teoritis (model) dan pola difraksi terukur (eksperimen) yang menggunakan metode kuadrat terkecil.

3.4.3 Uji Scanning Microscope Electron (SEM)

Uji SEM dilakukan untuk melihat morfologi partikel dan distribusi ukuran partikel serbuk polianilin (PANi) dan komposit resin epoksi-PANi/BAM. Disamping itu juga untuk mengetahui distribusi serbuk PANi dan BAM pada komposit. Uji SEM-EDAX dilakukan di Laboratorium Robotika ITS.



Gambar 3.4 Seperangkat Peralatan Uji SEM.

3.4.4 Vibrating Sample Magnetometer (VSM)

Vibrating Sample Magnetometer (VSM) merupakan salah satu alat ukur magnetisasi yang bekerja berdasarkan metode induksi. VSM digunakan untuk mengetahui sifat magnetik material. Dengan alat ini akan diperoleh informasi mengenai besaran-besaran sifat magnetik sebagai akibat perubahan medan magnet luar yang digambarkan dalam kurva histerisis. Pada penelitian ini, uji VSM akan dilakukan di Batan Serpong Jakarta untuk memperoleh kurva histerisis magnetisasi suatu bahan, baik sebagai fungsi temperatur (maksimal 300 K) maupun sebagai fungsi medan luar (maksimal \pm 1,2 T). Hasil uji VSM berupa kurva magnetik sampel, temperatur transisi magnetik (Tc) dan konstanta anisotropik bahan (Zainuri, 2010). Sifat kemagnetan suatu bahan dapat diketahui dengan melihat kurva histerisis. Dari kurva histerisis ditentukan besaran-besaran kemagnetan antara lain: magnetisasi saturasi (Ms), magnetisasi remanen (Mr), serta medan koersivitas (Hc) (Taufiq, 2008).



Gambar 3.5 Seperangkat alat uji *Vibrating Sample Magnetometer* (VSM) tipe OXFORD VSM1.2H (BATAN).



BAB 4 HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1 Proses Sintesis Serbuk Barium M-Hexaferrit (BaFe_{11,4}Zn_{0,6}O₁₉)

Material yang digunakan dalam penelitian ini untuk sintesis barium M-hexaferrit BaFe11 aZno 6O19 adalah serbuk BaCO₃, FeCl₃.6H₂O sebagai material dasar, dan serbuk Zn proanalis (PA) sebagai material doping dengan variasi nilai x=0,6. Pemilihan konsentrasi 0,6 ini berdasarkan dari hasil penelitian sebelumnya komposisi fasa terbaik BaFe_{12-2x}Zn_xO₁₉ diperoleh pada substitusi ion dopan Zn dengan konsentrasi (x=0.6) pada pemanasan T=100°C dengan persentase terbentuknya barium haksaferrit sebesar 91,99% yang selanjutnya disebut barium M-hexaferrit BaFe₁₁₄Zn₀₆O₁₉. Sintesis barium M-hexaferrit BaFe11 4Zn0 6O19 dilakukan dengan metode kopresipitasi yang terdiri dari campuran serbuk BaCO₃, Zn yang dilarutkan dengan HCl (12,063 M, PA 99,9%) serta serbuk FeCl₃.6H₂O (Iron (III) Cloride Hexahidrate) yang dilarutkan dengan aquades. Larutan diaduk dengan magnetic stirrer sampai menjadi homogen (warna hitam kecoklatan), kemudian ditambahkan larutan pengendap NH4OH (6,5 M, PA 99,9%), hingga endapan diperoleh dengan homogenitas yang tinggi (warna coklat cerah). Penelitian ini digunakan variasi pH HCl. Variasi yang digunakan adalah 1; 2; 3; dan 4. Untuk membuat pH 1,2,3,dan 4 dilakukan proses pengenceran HCl dengan merubah molaritasnya sesuai dengan pH yang akan kita variasikan. Kemudian sampel dibiarkan mengendap, setelah itu dicuci dengan aquades dan disaring dengan kertas saring hingga netral atau tercapai pH = 7. Adapun alur proses sintesis ditunjukkan pada Gambar 4.1.

37



Gambar 4.1 Proses sintesis serbuk barium M-hexaferrit BaFe_{11,4}Zn_{0,6}O₁₉ dengan metode kopresipitasi: a) larutan HCl; b) serbuk BaCO₃ dalam larutan HCl; c) Serbuk BaCO₃ dan Zn dalam larutan HCl; d) Serbuk BaCO₃, Zn, dan larutan serbuk FeCl₃.6H₂O dalam larutan HCl; e) Larutan setelah diendapkan dengan NH₄OH; f) Pembilasan dengan *aquades*; g) Serbuk BaFe_{11,4}Zn_{0,6}O₁₉ setelah *drying* pada T=80°C selama 4 jam.

Dalam proses sintesis, $BaCO_3$ terlarut dalam asam lemah sehingga aspek tersebut penting untuk diperhatikan. Larutan HCl yang merupakan asam kuat harus ditambahkan *aquades* sehingga sifatnya berubah menjadi asam lemah. Adapun prosedur yang dilakukan pada proses kopresipitasi untuk mempercepat proses kelarutan elemen pembentuk BaFe_{11.4}Zn_{0.6}O₁₉ ditunjukkan pada Gambar 4.2.



Gambar 4.2 Bagan proses sintesis BaFe_{11,4}Zn_{0,6}O₁₉ dengan metode kopresipitasi.

Pada penelitian ini, substitusi ion dopan Zn dilakukan dengan metode kopresipitasi pada konsentrasi variabel x=0,6. Karena pada penelitian sebelumnya pada konsentrasi ini dihasilkan komposisi fasa terbaik $BaFe_{12-x}Zn_xO_{19}$. Perkursor $BaFe_{11,4}Zn_{0,6}O_{19}$ didrying pada temperatur $80^{\circ}C$ selama 4 jam. Variasi pH HCl menunjukkan adanya kecenderungan perubahan warna serbuk hasil sintesis, yang cenderung menjadi lebih gelap dengan peningkatan pH.



Gambar 4.3 Pengaruh pH HCl terhadap perubahan warna serbuk prekursor $BaFe_{11,4}Zn_{0,6}O_{19}$ pada temperatur *drying* T=80°C selama 4 jam a) pH = 1; b) pH = 2; c) pH = 3; dan pH = 4.

4.2 Karakterisasi Transformasi Fasa

Proses *drying* adalah proses yang bertujuan untuk menghilangkan air atau *liquid- liquid* dari sampel. Proses kalsinasi merupakan proses pemanasan yang dilakukan sebelum tahapan *sintering* di bawah suhu *sinter*nya sekitar 800^oC. Tujuannya adalah untuk membuat struktur kimia dan kristalografi yang lebih homogen, dekomposisi bahan dasar menjadi lebih reaktif, dan proses menghilangkan senyawa- senyawa yang tidak dikehendaki. Dekomposisi yang dimaksud adalah dari material barium karbonat (BaCO₃) menjadi barium oksida (BaO) dan karbon dioksida (CO₂). Tetapi secara umum merupakan proses dekomposisi dari suatu senyawa kimia menjadi senyawa *solid* dan gas yang merupakan bagian dari bahan.

Pada sintesis material serbuk barium M-hexaferrit melalui proses kopresipitasi, pada akhirnya akan membentuk BaFe_{11,4}Zn_{0,6}O₁₉ (s)+ 37,4 NH₄Cl (aq)+98 H₂O (l)+ CO₂ (g)+0,3 H₂(g). Melalui proses *drying* pada T=80^oC masih ada beberapa

40

fasa garam BaCl₂ dan fasa oksida seperti BaO yang masih belum menguap. Melalui proses kalsinasi semua fasa-fasa *liquid* dan gas akan menguap dan yang tertinggal hanya fasa BaFe_{11,4}Zn_{0,6}O₁₉ dan sebagian fasa hematit yang sangat stabil. Fasa-fasa yang terbentuk merupakan fasa yang polimorfik atau banyak struktur kristalnya. Agar terjadi kehomogenan fasa maka diperlukan proses *sintering* yang diharapkan akan mampu menyebabkan terjadinya transformasi fasa menjadi fasa yang homogen. Analisa mengenai transisi fasa polimorfik dapat dilakukan dengan menggunakan kurva DSC.

Untuk mendapatkan fasa optimum, serta mengetahui keterkaitan temperatur terhadap fenomena transformasi fasa, dilakukan identifikasi awal menggunakan alat thermal analysis (TA). Analisis ini bertujuan untuk mengamati perubahan thermal dan perubahan massa akibat adanya perubahan temperatur dengan DSC/TGA (Differtial Scanning Calorimetry/ Thermall Gravimetric Analyzer). Perlakuan pada variasi pH bertujuan untuk mendapatkan fasa optimum terbentuknya BaFe11 4Zn0 6O19. Analisis DSC/TGA ini dilakukan pada temperatur 30°-1300°C selama 2 jam di Laboratorium Robotika ITS Surabaya. Dibawah ini adalah kurva DSC/TGA pada variasi pH yang berbeda yaitu pH= 1, pH=2, pH=3, dan pH=4.

4.2.1 Analisa kurva DSC/TGA untuk pH 1

Berdasarkan hasil kurva DSC/TGA untuk pH 1(Gambar 4.4), dapat terlihat penurunan massa secara terus menerus dalam kurva TGA hingga temperatur $\pm 275^{\circ}$ C. Pada T=80°C terjadi penurunan massa yang sangat tajam dan disertai gejala endotermik pada kurva DSC yaitu sebesar 16.28%. Pada rentang 100°C \leq T \leq 275°C masih terjadi penurunan massa pada TGA dan juga disertai gejala endotermik pada kurva DSC, tetapi tidak sebesar pada rentang T \leq 100°C. Proses *thermal* tersebut diakibatkan oleh reaksi yang belum sempurna yaitu adanya penguapan zat

liquid yang bukan air dalam sampel, seperti masih terdapat fasa garam (BaCl₂) dan fasa oksida (BaO) pada prekursor. Fasa garam masih muncul disebabkan karena tidak semua bahan penyusun barium ferrit dapat larut sempurna dalam asam pekat (HCl dengan molaritas yang tinggi). Sedangkan fasa oksida seperti BaO menunjukkan bahwa fasa yang terbentuk belum stabil.



Gambar 4.5 Kurva TGA dan turunan pertama dari kurva BaFe_{11.4}Zn_{0.6}O₁₉ pada pH=1 dengan T=80⁰C

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 $460^{\circ}C < T \le 660^{\circ}C$ 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), dimungkinkan terjadinya dekarbonasi dan pelepasan CO₂. Menurut Rosler (2003), disebabkan oleh oksidasi lambat dari beberapa karbon selama dekomposisi. Dari tiniauan sebelumnya, fenomena penurunan massa yang pertama disertai dengan proses endotermik yang disebabkan oleh hilangnya semua kandungan gas pada material serta terserapnya energi untuk memutuskan pada ikatan BaFe_{11.4}Zn_{0.6}O₁₉ (BaO.6Fe₂O₃) menjadi BaO dan 6Fe₂O₃. Sedangkan fasa BaO tidak terdeteksi oleh XRD, karena persentasenya jauh lebih rendah dibandingkan dengan α-Fe₂O₂.

Pada T \geq 660°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°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° C – 660° C tujuannya untuk menghilangkan senyawa-senyawa yang tidak dikehendaki seperti kandungan air, garam, atau oksida (BaCl₂ dan BaO) pada proses kopresipitasi dan

ukuran partikel yang homogen. Sehingga yang terbentuk fasa BaM (BaFe_{11.4}Zn_{0.6}O₁₉) terbanyak.



4.2.2 Analisa kurva DSC/TGA untuk pH 2







Berdasarkan hasil kurva DSC/TGA untuk pH 2 (Gambar 4.6), dapat terlihat penurunan massa secara terus menerus dalam kurva TGA hingga temperatur $\pm 200^{\circ}$ C. Pada T=80°C terjadi penurunan massa yang sangat tajam dan disertai gejala endotermik pada kurva DSC yaitu sebesar 13,853%.

Pada rentang $200^{\circ}C \leq T \leq 520^{\circ}C$ terjadi kenaikan massa pada TGA dan juga disertai gejala eksotermik pada kurva DSC sebesar 4,018% tetapi tidak sebesar pada rentang T $\leq 100^{\circ}C$. Pada rentang suhu tersebut mengindikasikam terjadinya reaksi penguraian zat- zat (dekomposisi) dan perubahan struktur kristal dari sampel. Kenaikan massa tersebut mengindikasikan terjadinya reaksi dengan udara untuk membentuk suatu fasa baru. Pada rentang 520°C < T $\leq 660^{\circ}C$ terjadi penurunan massa kembali pada kurva TGA sebesar 1,872 % yang diikuti dengan gejala endotermis pada kurva DSC.

Pada T \geq 660°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, suhu *drying* yang digunakan adalah 80° C karena pada suhu ini terjadi penurunan massa yang sangat tajam pada kurva TGA dan gejala endotermik pada DSC. Kalsinasi sampel berada pada *range* 120° C – 660° C tujuannya untuk menghilangkan senyawa-senyawa yang tidak dikehendaki seperti kandungan air, garam, atau oksida (BaCl₂ dan BaO) pada proses kopresipitasi dan ukuran partikel yang homogen, sehingga yang terbentuk fasa BaM (BaFe_{11.4}Zn_{0.6}O₁₉) terbanyak.

45



4.2.3 Analisa kurva DSC/TGA untuk pH 3





Gambar 4.9 Kurva TGA dan turunan pertama dari kurva BaFe_{11,4}Zn_{0,6}O₁₉ pada pH=3 dengan T=80^oC

Berdasarkan hasil kurva DSC/TGA untuk pH 3 (Gambar 4.8), dapat terlihat penurunan massa secara terus menerus

dalam kurva TGA hingga temperatur $\pm 275^{\circ}$ C. Pada T=80°C terjadi penurunan massa yang sangat tajam dan disertai gejala endotermik pada kurva DSC yaitu sebesar 14,27%. Pada rentang $100^{\circ}C \le T \le 275^{\circ}C$ masih terjadi penurunan massa pada TGA dan juga disertai gejala endotermik pada kurva DSC tetapi tidak sebesar pada rentang T $\leq 100^{\circ}$ C. Proses thermal tersebut diakibatkan oleh reaksi yang belum sempurna dimana masih terdapat fasa seperti fasa garam (BaCl₂) dan fasa oksida (BaO) pada prekursor. Fasa garam masih muncul disebabkan karena tidak semua bahan penyusun barium ferrit dapat larut sempurna dalam asam pekat (HCl dengan molaritas yang tinggi). Fasa oksida seperti BaO menunjukkan bahwa fasa yang terbentuk belum stabil. Penurunan massa ini bisa juga menunjukkan adanya reaksi kimia yaitu hilangnya senyawa-senyawa oksalat yang terlarut pada saat proses kopresipitasi. Selain itu terjadi proses kristalisasi yang menyebabkan sejumlah ikatan terlepas dan hilang sehingga terjadi reduksi massa.

Pada rentang $275^{\circ}C < T \le 1000^{\circ}C$ terjadi kenaikan massa pada kurva TGA dan disertai gejala eksotermis pada kurva DSC. Rentang suhu ini kemungkinan adanya transformasi fasa lagi. Karena pada rentang suhu tersebut mengindikasikam terjadinya reaksi penguraian zat- zat (dekomposisi) dan perubahan struktur kristal dari sampel. Namun kenaikan paling besar di T $\ge 640^{\circ}C$.

Pada T \geq 1000°C sudah tidak terjadi penurunan massa atau kenaikan massa. 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, suhu *drying* berada pada 80°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° C – 640° C. Tujuannya untuk menghilangkan senyawa-senyawa yang tidak dikehendaki seperti kandungan air, garam, atau oksida (BaCl₂ dan BaO) pada proses kopresipitasi. Sehingga yang terbentuk fasa BaM (BaFe_{11.4}Zn_{0.6}O₁₉) terbanyak.

4.2.4 Analisa kurva DSC/TGA untuk pH 4

Berdasarkan hasil kurva DSC/TGA untuk ph 4(Gambar 4.10), dapat terlihat penurunan massa secara terus menerus dalam kurva TGA hingga temperatur \pm 275°C. Pada T=80°C terjadi penurunan massa yang sangat tajam dan disertai gejala endotermik pada kurva DSC yaitu sebesar 9.417%. Pada rentang 100°C \leq T \leq 275°C masih terjadi penurunan massa pada TGA dan juga disertai gejala endotermik pada kurva DSC tetapi tidak sebesar pada rentang T \leq 100°C yaitu sebesar 5.622%.







Gambar 4.11 Kurva TGA dan turunan pertama dari kurva $BaFe_{11,4}Zn_{0,6}O_{19}$ pada pH=4 dengan T= $80^{\circ}C$

Pada rentang $275^{\circ}C < T \leq 460^{\circ}C$ masih terjadi penurunan massa pada TGA dan juga disertai gejala endotermik pada kurva DSC tetapi tidak sebesar pada rentang T $\leq 100^{\circ}C$. Proses *thermal* tersebut diakibatkan oleh reaksi yang belum sempurna dimana masih terdapat fasa seperti fasa garam (BaCl₂) dan fasa oksida (BaO) pada prekursor.

Fasa garam masih muncul disebabkan karena tidak semua bahan penyusun barium ferrit dapat larut sempurna dalam asam pekat (HCl dengan molaritas yang tinggi). Fasa oksida seperti BaO menunjukkan bahwa fasa yang terbentuk belum stabil. Penurunan massa ini bisa juga menunjukkan adanya reaksi kimia yaitu hilangnya senyawa-senyawa oksalat yang terlarut pada saat proses kopresipitasi. Selain itu terjadi proses kristalisasi yang menyebabkan sejumlah ikatan terlepas dan hilang sehingga terjadi reduksi massa.

Pada T≥ 640[°]C sudah tidak terjadi penurunan massa atau kenaikan massa. Hal ini dikarenakan tidak ada

49

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. Namun puncak eksotermik terdeteksi lagi pada $1000^{\circ}C \leq T \leq 1050^{\circ}C$ yang tidak disertai penurunan massa pada kurva TGA. Hal ini menunjukkan adanya transformasi fase pada sampel.

Berdasarkan analisa di atas, suhu *drying* berada pada 80° 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° C – 640° C tujuannya untuk menghilangkan senyawa-senyawa yang tidak dikehendaki seperti kandungan air, garam, atau oksida (BaCl₂ dan BaO) pada proses kopresipitasi, sehingga yang terbentuk fasa BaM (BaFe_{11.4}Zn_{0.6}O₁₉) terbanyak. Dapat diambil kesimpulan pemilihan suhu *drying* adalah 80° C dan suhu kalsinasi sampel berada pada *range* 120° C- 660° C.

4.3 Analisis Mikrostruktur Fasa Barium M-Heksaferit (BaFe_{11,4}Zn_{0,6}O₁₉) dengan SEM

Untuk mengetahui secara kualitatif dan kuantitatif elemenelemen sebaran yang terkandung pada material Barium M-Heksaferit (BaFe_{11,4}Zn_{0,6}O₁₉) dapat dilakukan dengan analisa SEM-EDX. Tabel 4.1 menunjukkan kandungan dari elemenelemen 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. Hasil dari analisa tersebut dapat ditunjukkan pada gambar 4.12.



Gambar 4.12 Hasil spektrum EDX dari BAM



Spectrum: Acquisition 715

El	AN	Series	unn. C [wt.%]	norm. C [wt.%]	Atom. C [at.%]	Error [%]
0	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

51



Gambar 4.13 Hasil backscatter dari BAM



Gambar 4.14 Hasil masing – masing *backscatter* elemen barium M – heksaferrit



Gambar 4.15 Foto SEM barium M-heksaferrit dengan pH=1 pada suhu 150 °C yang diambil dari 1 partikel



Gambar 4.16 Foto SEM barium M-heksaferit dengan pH=1 pada suhu 150 °C yang diambil dari partikel yang bergerombol

53

Berdasarkan Gambar (4.15) dan (4.16) 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.

foto SEM prekursor BaFe11 4Zn0 6O19 Gambaran menunjukkan distribusi ukuran partikel yang serupa dengan ukuran kristal hasil XRD dengan ukuran yang mencapai orde nm. Dari distribusi ukuran partikel pada Gambar 4.12 dan 4.13, 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 vang tidak dijumpai pada material ukuran besar (bulk). Berdasarkan foto SEM Gambar (4.15) dan (4.16) juga terlihat dengan jelas bahwa struktur partikel mengikuti struktur material dasar dari kristalnya (BaFe12O19) yaitu dipastikan heksagonal dengan sumbu $a = b \neq c$, $\alpha = \beta = 90$ dan $\gamma = 120$. Berdasar Gambar (4.15) dan (4.16) 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 Mhexaferrit memiliki sumbu c vang jauh lebih panjang dibandingkan sumbu a dan b yaitu c = 23,183 Å dan a = b = 5,892Å. 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°C) sehingga masih belum terbentuk liquid bridge akibat proses difusi atomik. Tabel 4.2 adalah hasil perhitungan ukuran kristal prekursor BaFe11 4Zn0 6O19 yang dipanaskan dengan temperatur drying 80°C.

Tabel 4.2 Hasil Perhitungan Ukuran Kristal Prekursor BaFe_{11,4}Zn_{0,6}O₁₉ (BaM) pada pH =1-4 dengan Suhu Drying T= 80° C.

pН	Fe ₂ O ₃ (Hematit)	BaM	BaO	BaCl
1	76,9133	13,069	13,984	
2	54,16066	19,53287	-	
3	30,82129	17,85541	38,77642	
4	30,00959	22,98311	-	24,15865

Tabel 4.3 adalah hasil perhitungan ukuran kristal prekursor $BaFe_{11,4}Zn_{0,6}O_{19}$ yang di kalsinasi pada temperatur $80^{\circ}C$.

Tabel 4.3 Hasil Perhitungan Ukuran Kristal Prekursor BaFe_{11,4}Zn_{0,6}O₁₉ (BaM) pada pH =1-4 dengan Suhu Kalsinasi T= 150° C.

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

Dari hasil perhitungan (Lampiran C) diperoleh informasi bahwa ukuran kristal BaM (BaFe_{11,4}Zn_{0,6}O₁₉) 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.

4.4 Identifikasi Kuantitatif dan Kualitatif Fasa Barium M-Hexaferrit (BaFe_{11.4}Zn_{0.6}O₁₉)

Dalam penelitian ini, barium M-hexaferrit (BaFe₁₂O₁₉ atau BaO.6Fe₂O₃) tersubstitusi oleh ion dopan Zn²⁺. Mengingat jari-jari ion yang hampir sama menyebabkan pengaruh doping tidak akan sampai mengubah struktur material dasar dari barium M-hexaferrit. Adapun pengaruh tersebut kemungkinan hanya akan menyebabkan bergesernya sedikit posisi puncak pola difraksi (sudut 20) sebagai akibat dari perubahan parameter kisi mengikuti persamaan Bragg 2 d_{hkl} sin $\theta = n \lambda$.

Metode yang digunakan untuk mengkarakterisasi bahan uji hasil percobaan menggunakan difraksi sinar-X dengan Tipe Philips X'Pert MPD (*Multi Purpose Diffractometer*) system terdapat di Laboratorium Difraksi Sinar-X RC (*Research Center*) LPPM ITS Surabaya. Analisis tersebut dilakukan dengan menggunakan panjang gelombang CuKα 1,54 A°, 40 kV, 30 mA.

Analisis difraksi yang terjadi untuk semua kondisi variasi pH HCl pada sampel hasil pengeringan memungkinkan terbentuknya fase hexaferrit dan hematite, tetapi kandungan NH₄OH yang memungkinkan terbentuknya fasa-fasa garam seperti BaCl₂ menjadi impuritas yang sangat menonjol, sehingga puncak-puncak yang terbentuk masih menunjukkan sifat kristalitas yang cukup rendah. Hal ini disebabkan karena tidak semua bahan penyusun barium ferrit dapat larut sempurna meskipun dilarutkan dalam konsentrasi asam kuat seperti HCl. Berdasarkan Gambar 4.5, selain fasa garam seperti BaCl₂ masih terbentuk terlihat juga bahwa fasa oksida BaO juga masih muncul. Adanya hal tersebut menunjukkan bahwa fasa yang terbentuk masih belum stabil.

Untuk mengetahui adanya transformasi fasa dengan temperatur, hasil prekursor dari proses kopresipitasi di *drying* dengan suhu 80°C selama 4 jam. Kemudian dilakukan kalsinasi pada suhu 150°C selama 4 jam. Pemilihan suhu ini adalah temperatur minimum yang didasarkan dari hasil *Thermal Analysis* dari prekursor, untuk memastikan penghilangan semua fasa garam sebagai komponen pengotor dari prekursor dan fasa oksida yang masih muncul. Hasil dari partikel yang dikalsinasi kemudian dianalisis dengan XRD. Secara kualitatif prekursor yang di *drying* pada suhu 80°C selama 4 jam dengan menggunakan *X'pert High Score Plus*, fasa yang terbentuk untuk variasi pH yang berbeda hasilnya berbeda. Tabel 4.4 menunjukkan hasil analisis kualitatif dari pola XRD pada T= 80° C dan 150° C selama 4 jam pada variasi pH yang berbeda.

Dari hasil analisis kualitatif dari pola XRD pada T= 80°C dan 150°C selama 4 jam dengan variasi pH yang berbeda dengan X'pert High Score Plus (Tabel 3.1) diperoleh informasi bahwa pada T=80°C fasa yang terbentuk adalah Fe₂O₃, BaFe_{11.4}Zn_{0.6}O₁₉ (BaM), BaCl₂, BaO₂. Pada T= 150^oC fasa yang terbentuk adalah α-Fe₂O₃ dan BaFe₁₂O₁₉. Artinya pada T= 80°C sudah terbentuk barium hexaferrit meskipun masih terdapat fasa garam dan fasa oksida seperti BaCl2 dan BaO. Fasa garam masih muncul disebabkan karena tidak semua bahan penyusun barium ferrit dapat larut sempurna dalam asam pekat (HCl dengan molaritas yang tinggi). Fasa oksida seperti BaO menunjukkan bahwa fasa yang terbentuk belum stabil. Hal ini menunjukkan bahwa fasa barium M-heksaferrit mulai terbentuk pada temperatur rendah. Fenomena ini menunjukkan bahwa M-hexaferrite telah mulai terbentuk pada waktu proses kopresipitasi melalui reaksi antar ion.

Adanya peningkatan temperatur pemanasan dari T= 80° C ke T= 150° C menyebabkan terputusnya ikatan pada heksaferrit (BaFe₁₂O₁₉ atau BaO.6Fe₂O₃) menjadi BaO dan Fe₂O₃. Kecilnya persentase BaO dibandingkan dengan fasa Fe₂O₃ menyebabkan fasa Fe₂O₃ yang terdeteksi oleh XRD, sehingga pada temperatur tinggi fasa yang dominan muncul adalah hematit.


Gambar 4.17 Pola difraksi XRD pada T=80°C untuk variasi pH=1; 2; 3; dan 4 selama 4 jam.



Gambar 4.18 Pola difraksi XRD pada T=150°C untuk variasi pH=1; 2; 3; dan 4 selama 4 jam.

Dari penggabungan pola difraksi yang terbentuk di T=80° dan T=150°C bentuk pola difraksinya masih kasar dengan bentuk puncak yang cenderung melebar mengidentifikasikan ukuran butir sudah dalam orde nano yang ditunjukkan pada Gambar 4.15 dan Gambar 4.16. Untuk variasi pH dengan T=150° pada pH yang semakin basah (pH=4) puncak BaM di $2\theta = 24.3$ semakin hilang dan tidak terbentuk. Kemudian di $2\theta = 47.2$ juga semakin hilang dan tidak terbentuk. Pada pH 1; 2; 3; dan 4 di $2\theta = 21,5$ dan 30.2 terbentuk fasa hematit dan di pH 0.8 tidak terbentuk fasa tersebut, sehingga pada pH 1; 2; 3; dan 4 terbentuk 2 fasa yaitu fasa BaM dan Hematit. Pada pola XRD diatas pada T=80° dan T=150[°] mengalami pergeseran puncak yang semakin ke kanan meskipun selisihnya sangat kecil. Hal tersebut disebabkan substitusi ion doping Zn sangat kecil, sehingga keberadaanya tidak terdeteksi oleh XRD. Selain itu, kehadiran ion dopan Zn tidak akan menyebabkan munculnya fasa baru karena ion Zn menggantikan posisi Fe. Adanya ion dopan Zn kemungkinan hanva akan menyebabkan bergesernya posisi puncak 2θ , mengikuti persamaan $2d_{hk} l \sin \theta = n\lambda$ akibat perubahan parameter kisi karena adanya ion dopan. Jadi pergeseran puncak yang ke kanan tersebut menunjukkan bahwa terjadi subtitusi ion menggantikan posisi Fe. Gambar 4.17 dan Gambar 4.18 menunjukkan penggabungan puncak hasil Pola difraksi XRD pada T=80°C dan T=150°C untuk variasi pH=1; 2; 3; dan 4 selama 4 jam.

Untuk menjelaskan fenomena pada temperatur rendah ini perlu analisa lanjut karena kemungkinan fasa-fasa yang terbentuk dapat diketahui secara detail. Menurut Ahmeda, 2008, ada kemungkinan pada temperatur rendah ini muncul fasa-fasa lain yang merupakan *polymorf* dari tipe barium M-heksaferrit. Tipetipe dari barium M-heksaferrit tersebut antara lain tipe M, tipe Y, tipe W, tipe Z, tipe X dan tipe U. Dimungkinkan dari beberapa tipe tersebut akan muncul pada temperatur ini. Dari pencocokan puncak dari beberapa tipe tersebut dengan variasi pH cenderung ke tipe M (Gambar 4.17 dan 4.18). Hal ini juga didukung oleh hasil analisis *Search Match* dari penelitian sebelumnya (Dian, 2011) untuk beberapa variasi temperatur dan variasi konsentrasi x yang menghasilkan persentase terbentuknya M-hexaferrit tertinggi pada suhu rendah.

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 4.4) dan (Tabel 4.5). Grafik perbandingan % BaM dan % hematit (Fe₂O₃) yang di *drying* pada T=80°C dan temperatur kalsinasi T=150°C dapat dilihat pada gambar 4.19 dan 4.20.

Hasil prosentase di atas didapatkan informasi bahwa pada prekursor vang di drving pada temperatur 80°C didapatkan fasa BaM terbanyak pada pH basah (pH=4) yaitu sebesar 78,76%. Hal berkebalikan terjadi ketika prekursor dipanaskan dengan suhu kalsinasi 150°C, barium M-heksaferrit terbentuk pada pH yang semakin asam (pH=1). Hal ini dapat dijelaskan melalui hasil dari kurva TGA pada rentang $80^{\circ}C < T \le 275^{\circ}C$ teriadi penurunan massa yang sangat tajam. Rentang suhu ini kemungkinan adanya transformasi fasa dan dekomposisi pada sampel. Kemampuan sampel pada prekursor dengan pH vang semakin basah (pH=4) yang di drying pada temperatur 80°C, mempunyai kemampuan yang lebih banyak dalam menguraian zat- zat (dekomposisi) daripada pada pH asam (pH=1). Penurunan massa ini bisa juga menunjukkan adanya reaksi kimia yaitu hilangnya senyawasenyawa oksalat yang terlarut pada saat proses kopresipitasi. Selain itu terjadi proses kristalisasi yang menyebabkan sejumlah ikatan terlepas dan hilang sehingga terjadi reduksi massa.

Sedangkan pada prekursor yang dipanaskan dengan suhu kalsinasi 150°C, barium M-heksaferrit terbentuk pada pH yang semakin asam (pH=1). 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 $CO_3^{2^-}$ 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.

Tabel 4.4 Hasil Prosentase Barium M-Hexaferrite (BaM) dengan X'pert High Score Plus pada T=80°C dan T=150°C Selama 4 Jam pada Variasi pH yang Berbeda.

Temperatur	Fasa yang terbentuk						
pemanasan	pH 1	pH 2	pH 3	pH 4			
80°C	α-Fe ₂ O ₃ BaM BaO	a-Fe ₂ O ₃ BaM	α-Fe ₂ O ₃ BaM	α-Fe ₂ O ₃ BaM			
150°C	α-Fe ₂ O ₃ BaM	α-Fe ₂ O ₃ BaM	α-Fe ₂ O ₃ BaM	α-Fe ₂ O ₃ BaM			

Tabel 4.5 Hasil Prosentase Barium M-Hexaferrite dengan X'pert High Score Plus pada T=80°C dan T=150°C Selama 4 Jam pada Variasi pH vang Berbeda.

pH	T=80°C						
	% BaM	% Fe ₂ O ₃	% BaCl ₂	% BaO			
1	48,15	26,85	- 6 1 1	25			
2	50,76	76 49,24 -		-			
3	63,18	25,07		11,75			
4	78,76	10,81	10,42	-			

Tabel 4.6 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 % BaM 1 83.98 2 79.89	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			

Dari (Tabel 4.5) dan (Tabel 4.6) di atas dapat dibuat grafik perbandingan prosentase BaM dan prosentase hematit (Fe_2O_3) dengan pemanasan pada temperatur yang berbeda seperti pada tabel di bawah ini:



Gambar 4.19 Perbandingan % BaM pada T=80^oC dan T=150^oC selama 4 jam



64

Gambar 4.20 Perbandingan % hematit (Fe₂O₃) pada T=80^oC dan T=150^oC selama 4 jam

Pada prekursor yang dipanaskan pada $T=150^{\circ}C$, BaM terbentuk pada pH yang semakin asam (pH=1). Pemilihan suhu $150^{\circ}C$ didasarkan pada hasil uji DSC/TGA. Pada pH 1; 2; 3 dan 4 secara berturut turut prosentase BaM adalah 83,98%; 79,89%; 53,52%; dan 26,59%. 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.

4.5 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).

4.5.1 Analisa Kurva Histrisis pada pH=1 dengan T=150°C



Gambar 4.21 Kurva histeresis pada pH 1 dengan T=150°C.

Pada gambar 4.21 di atas menunjukkan kurva histeresis untuk sampel uji dengan pH=1 pada suhu T=150 °C. Berdasar Gambar 4.21 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 4.21 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.

4.5.2 Analisa Kurva Histrisis pada pH=2 dengan T=150°C

Berdasar gambar 4.22 terlihat kurva histeresis mengalami penurunan medan koersivitas dan magnetisasi remanensi semakin besar dengan pH juga semakin besar.



Gambar 4.22 Kurva histeresis pada pH 2 dengan T=150°C.

Dari Gambar 4.22 tersebut menunjukkan bahwa kurva yang dibentuk adalah soft magnetic dengan nilai -Hc yang diperoleh yaitu sekitar 0,0172 T, sedangkan nilai remanensi yang diperoleh yaitu 3,111 emu/gram. Hal ini dikarena kurva histeresis mempunyai urut balik yang hampir simetris ketika dikenai medan magnet maupun ketika medan magnet ditiadakan. Hal ini dapat juga dilihat dari luasan kurva histeresis yang sempit. Luasan kurva histeresis menunjukkan energi yang diperlukan untuk magnetisasi. Pada magnet lunak, untuk magnetisasi memerlukan energi yang sangat kecil.

4.5.3 Analisa Kurva Histrisis pada pH=1 dengan T=150°C

Berdasar Gambar 4.23 menunjukkan kurva histeresis untuk sampel uji dengan pH=3 pada suhu T=150 °C. Berdasar Gambar 4.23 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. Dari gambar tersebut menunjukkan bahwa kurva yang dibentuk adalah *soft magnetic* dengan nilai -Hc yang diperoleh yaitu sekitar 0,0035 T, sedangkan nilai remanensi yang diperoleh yaitu 3,489 emu/gram. Gambar 4.24 menunjukkan kurva histeresis untuk sampel uji dengan pH=4 pada suhu T=150 °C. Berdasar Gambar 4.24 dapat dilihat bahwa kurva histeresis sampel tersebut memiliki lebar kurva yang sempit.

4.5.4 Analisa Kurva Histrisis pada pH=1 dengan T=150°C

Berdasar gambar 4.24 terlihat adanya penyempitan lebar kurva disebabkan pada sampel tersebut struktur kristalnya tidak hanya BaM saja tetapi terdapat Fe₂O₃. Berdasar Gambar 4.24 terlihat kurva yang dibentuk adalah *soft magnetic* dengan nilai -Hc yang diperoleh yaitu sekitar 0,0030 T.



Sedangkan nilai remanensi yang diperoleh yaitu 3,9057 emu/gram.

Gambar 4.24 Kurva histeresis pada pH 4 dengan T=150°C

Berdasar Gambar 4.21, 4.22, 4.23, dan 4.24 dapat dilihat bahwa kurva histeresis masing-masing sampel memiliki lebar kurva yang berbeda-beda. Nilai -Hc untuk masing-masing sampel berturut-turut yaitu 0,0178; 0,0172; 0,0145; dan 0,0018 T, sedangkan nilai Mr untuk masing-masing sampel berturut-turut yaitu 3,113; 3,111; 2,190; dan 2,803 emu/gram. Dari 4 kurva histerisis Gambar 4.21, 4.22, 4.23, dan 4.24, pada pH yang semakin asam (pH=1) mengalami pertambahan medan koersivitas namun nilai magnetisasi remanensi semakin berkurang. Hal ini menunjukkan bahwa sifat kemagnetan pada pH yang semakin asam berkurang karena ketika pemberian medan luar dihilangkan, nilai magnetisasi remanensi kecil berarti domain-domain yang sebelumnya terarah mulai acak kembali dan hanya sedikit jumlah domain yang searah. Selain itu, penurunan sifat mgnetik ini diperkirakan akibat mekanisme interaksi spin momen magnet atom di dalam kristal terganggu akibat cacat kristal yang terbentuk selama proses

heat treatmant yang berhubungan pada jumlah komposisi fasa yang terbentuk akibat pendopingan variasi nilai pH asam klorida. Hal ini disebabkan oleh adanya pembesaran butir (*grain*) selama proses kalsinasi. Apabila ukuran butir membesar, maka terjadi penurunan sifat kemagnetannya.

Berdasarkan data hasil pengukuran histeresis ini, dapat diketahui bahwa ketika komposisi fasa dominan Fe₂O₃ maka kurva histeresis yang terbentuk sempit karena bersifat soft magnetic, sedangkan fasa yang dominan BaFe₁₂O₁₉ untuk akan menghasilkan kurva histeresis yang besar karena bersifat hard magnetik. Bahan barium M-heksaferrit termasuk bahan magnet keras (hard magnetic) yang merupakan salah satu bahan baik dari segi keilmuan maupun teknologi sangat penting. Magnet keras merupakan magnet permanen yang memiliki kurva histeresis (Hysteresis loop) yang besar dan mempunyai nilai koersivitas (Hc) yang tinggi (Bekir dkk, 1986), sebaliknya untuk kurva histeresis (Hysteresis loop) yang kecil mempunyai nilai koersivitas (Hc) yang rendah. Koersivitas magnet merupakan suatu besaran yang sangat penting, karena semakin tinggi harga koersivitas maka sifat magnetik bahan akan semakin sulit berubah akibat medan magnet luar. Semakin besar gava koersivitasnya maka semakin keras sifat magnetnya. Bahan dengan koersivitas tinggi berarti tidak mudah hilang kemagnetannya. Untuk menghilangkan kemagnetannya diperlukan intensitas magnet H yang besar (Efendi dkk,2003).

Berdasar keempat Gambar kurva histeresis (Gambar 4.21, 4.22, 4.23, dan 4.24) tersebut dapat dibuat gambar perbandingan seperti ditunjukkan pada Gambar 4.25.



Gambar 4.25 Kurva histeresis $BaFe_{11,4}Zn_{0,6}O_{19}$ with variasi pH = 1,0-4,0.

Berdasar Gambar 4.25 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.Menurut Smith (1996), jika kuat medan magnet (H) mengalami peningkatan, maka induksi magnet juga akan meningkat, namun pada suatu kondisi tertentu induksi magnet akan tetap dan kondisi ini dinamakan *saturasi*.

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. Dari ketiga Gambar kurva histeresis (Gambar 4.21, 4.22, 4.23, dan 4.24) hasil pengujian sifat magnet ditunjukkan pada Tabel 4.7.

Sampel	Medan Koersivitas Hc (Tesla)	Remanensi Mr (emu/gram)
pH = 1	0,0178	3,113
pH = 2	0,0172	3,111
pH = 3	0,0145	2,190
pH = 4	0,018	2,803

Tabel 4.7 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.

Berdasarkan Gambar 4.25 menunjukkan bahwa magnetisasi saturasi tertinggi terjadi pada pH=1 ketika medan magnet sebesar 1 T yaitu 25,50 emu/gram. Hal ini berarti bahwa magnetisasi mendekati keadaan jenuh yang menunjukkan kemampuan partikel nano untuk mempertahankan kesearahan domain-domain magnetiknya ketika medan magnet luar, sehingga masih dikenai walaupun diberi medan luar tidak akan memberi pengaruh pada domain-domain magnet tersebut. Berdasar Gambar 4.25 tersebut tampak bahwa dalam proses magnetisasi material diberi medan luar yang sama besar namun suatu saat material tersebut mempunyai magnetisasi tertinggi yang berbedabeda. Pada pH 1 menunjukkan magnetisasi saturasi tertinggi cukup besar dibandingkan pH yang lain. Hal ini menunjukkan bahwa nilai magnetisasi tertinggi menentukan mineral magnetik yang dikandung dalam sampel. Semakin besar nilai magnetisasi saturasi maksimum, bahan tersebut mempunyai sifat magnetik yang semakin kuat. Apabila bahan tersebut mempunyai magnetisasi yang kecil maka bahan tersebut mempunyai sifat lemah karena mudah kemagnetan yang didemagnetisasi yang berarti bahwa energi yang diperlukan untuk magnetisasi kecil dan sebaliknya, sedangkan untuk pH 2-3 mempunyai nilai magnetisasi maksimum yang kecil. Hal ini disebabkan karena semakin banyak fasa impurity pada serbuk BaFe11 4Zn0.6O19 karena fasa Fe2O3 lebih banyak terbentuk yang menyebabkan penurunan sifat magnetik karena bersifat soft magnetik.

BAB V KESIMPULAN DAN SARAN

5.1 Kesimpulan

Berdasar hasil penelitian pengaruh variasi pH pelarut HCl pada sintesis barium M-heksaferrit dengan doping Zn (BaFe_{11,4}Zn_{0,6}O₁₉) menggunakan metode kopresipitasi dapat ditarik kesimpulan sebagai berikut:

- 1. Pada pH pelarut HCl yang semakin asam (pH=1) menghasilkan barium M-heksaferrit (BaFe_{11,4}Zn_{0,6}O₁₉) terbanyak pada T = 150° C selama 4 jam sebesar 83.98 %.
- 2. Berdasarkan analisis kurva DSC/TGA dan XRD proses kalsinasi pada T = 150°C selama 4 jam dengan pH semakin asam cenderung membentuk fasa barium Mheksaferrit BaFe_{11,4}Zn_{0,6}O₁₉ lebih banyak daripada fasa hematit (Fe₂O₃).
- 3. Nilai koersivitas (Hc) 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°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 (Hc) 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°C ke T = 150°C ukuran kristal BaM akan semakin besar dari 13,069 nm menjadi 38,202 nm
- Dari hasil uji SEM-EDX BaFe_{11,4}Zn_{0,6}O₁₉ (BaM) diperoleh elemen yang terkandung pada sampel yaitu Ba, Fe, Zn, dan O yang tersebar merata pada sampel BaM dan

ukuran partikel mencapai 1 µm dengan perbesaran 10.000 kali.

5.2 Saran

Sebaiknya dilakukan pengujian menggunakan TEM untuk mengetahui morfologi partikel nano BaFe_{11,4}Zn_{0,6}O₁₉ untuk semua variasi pH sehingga bisa dibandingkan.

DAFTAR PUSTAKA

- Abdullah Mikrajuddin dan Khairurrijal, (2008), "Review:Karakterisasi Nanomaterial", Jurnal Nanosains & Nanoteknologi, Vol. 2 No.1, Februari 2009.
- Ahmeda, Okashab, Kershi, (2008), "Influence of Rare-earth Ions on The Structure and Magnetic Properties of Barium W-type Hexaferrite", Journal of Magnetism and Magnetic Materials 320, hal. 1146–1150.
- Ashiq Naeem M, Iqbal Javed M, Gul I.H., (2009), "Structural, Magnetic and Dielectric Properties of Zr-C Substituted Strontium Hexaferrite, (SrFe₁₂O₁₉) Nanoparticles", Journal of Alloys and Compounds 48, hal. 341–345.
- Bai Yang, Zhou Ji, Gui Zhilun, Li Longtu, (2003), "Effect of Substitution on Magnetization Mechanism for Y-Type Hexagonal Ferrite", Materials Science and Engineering B103, hal.115-117.
- Cullity, B.D. (1978), "*Element of X-Ray Diffraction*", 2nd edn, Addison-Wesley, publishing Company, Inc, Notre Dame.
- Dimri dkk, (2011), "Magnetic Properties and 57 Fe NMR Studies of U-type Hexaferrites", Journal of Magnetism and Magnetic Materials, Vol.323, hal. 2210–2213.
- Feng Y.B., Qiu T., Shen C.Y., (2007), "Absorbing Properties and Structural Design of Microwave Absorbers Based on Carbonyl Iron and Barium Ferrite",

Journal of Magnetism and Magnetic Materials 318, hal. 8 - 13.

- Ghasemi Ali, dkk, (2007), "Investigation of the microwave absorptive behavior of doped barium ferrites", Science Direct, Materials and Design 29 (2008) 112–117
- 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.
- Haijun dkk, (2003), "Dielectric and Magnetic Properties of ZnCo Substituted X hexaferrites prepared by Citrate Sol-gel Process", Material Research Bulletin, vol.38, hal. 363-372.
- http://Thermo Gravimetric Analyzer.com (24 Agustus 2010). http://www.crystallography.net, data CIF, (12 Oktober 2010). Hsuan-Fu, Liu Pei-Chi, (2005), "Effects of pH and Calcination Temperatures on the Formation of Citratederived Hexagonal Barium Ferrite Particles", Journal of Alloys and Compounds, vol. 416, hal. 222-227.
- Imran, M.I., Hasnain, A., Abd. Aziz, M.Z.A., dan Ja'afar, A.S., (2008), "Design and Development of Carbon Base Microwave Absorber" Journal of Advanced Manufacturing Technology, Vol. 2, No.2.
- 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

- Kitaitsev Alexander A., Zhumabayeva Gulnur N., dan Koledintseva Marina Y., (2007), "Method of Measuring Permittivity of Composite Materials with Hexagonal Ferrite Inclusions", IEEE, 1-4244-1350.
- Mendonca Almeida, Rafael, (2009), "Impedance spectroscopy analysis of BaFe₁₂O1₉ M-type hexaferrite obtained by ceramic method", Science Direct, Ceramics International 35 (2009) 2443–2447
- Mujamilah, Ridwan, M.Refai Muslih, SetyoPurwanto, M.I.Maya Febri, Yohannes, A.M, Eddy Santoso, Herry Mugihardjo .2000. "Vibrating Sample Magnetometer (VSM) tipe Oxford VSM1.2", H. Prosiding Seminar Nasional Bahan Magnet 1.2000
- Ovtar Simona, Lisjak Darja, Drofenik Miha, (2009), "Barium hexaferrite suspensions for electrophoretic deposition", Journal of Colloid and Interface Science 337 (2009) 456– 463.
- 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,
- Ramprecht J. dan Sjoberg D., (2007), "Blased Magnetic Materials in RAM Applications", Progress In Electromagnetics Research, Vol.75, hal.85-117.
- Rashad, M.M. (2011), "Improvement of the magnetic properties of barium hexaferrite nanopowders using modified co-

precipitation method", Journal of Magnetism and Magnetic Materials 323 (2011) 2158–2164

Rosler S., Wartewig, P., dan Langbein, H., (2003), "Synthesis and Characterization of Hexagonal Ferrites BaFe12-2xZnxTixO19 ($0 \le x \le 2$) by Thermal Decomposition of Freeze-dried Precursors", Cryst. Res. Technol, Vol.38, No. 11, hal.927-934.

Suasmoro, (2000a), Fisika Keramik, ITS Surabaya.

- Suasmoro S., Pratapa S., Hartanto D., Setyoko D., dan Dani U.M., (2000b), "The Characterization of Mixed Titanate Ba1-xSrxTiO3 Phase Formation from Oxalate Coprecipitated Precursor", Journal of the European Ceramic Society, Vol. 20, hal. 309-314.
- 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
- Tarihoran D. dan Manaf A., (2002), "Studi Efek Bentuk Butiran Ukuran Bervariasi Terhadap Sifat Kemagnetan Magnet Permanen", Kontribusi Fisika Indonesia, Vol. 13, No.3.
- Taufiq Ahmad, Triwikantoro, Pratapa S., dan Darminto, (2008), "Sintesis Partikel Nano Fe3-xMnxO4 Berbasis Pasir Besi dan Karakterisasi Struktur serta Kemagnetannya" Jurnal Nanosains & Nanoteknologi, Vol. 1, No.2.
- Ting T.H. dan Wu K.H., (2010), "Synthesis, Characterization of Polyaniline/ BaFe₁₂O₁₉ Composites

with Microwave Absorbing Properties", Journal of Magnetism and Magnetic Materials, 322 hal. 2160–2166.

- Wang Zhengping, Zhang Zhenhui, Qin Shiming, Wang Lihui, Wang Xiaoxiao, (2008), "Theoretical Study on Waveabsorption Properties of a Structure With Left and Right-Handed Materials", Materials and Design, Vol. 29, hal.1777–1779.
- Zainuri M., (2010), "Laporan Akhir Studi Absorbsi Elektromagnetik pada M-Hexaferrites untuk Aplikasi Anti Radar", Ristek, ITS Surabaya.

LAMPIRAN A

Unsur	ur Ar (gr/mol) Senyawa Mr (gr/mol		Mr (gr/mol)	Molaritas (mol/liter)
Ba	137.33	FeCl ₃ .6H ₂ O	270.38	
Fe	55.85	H ₂ O	18.02	
Zn	65.38	FeCl ₃	162.26	
0	16.00	BaCO ₃	197.34	
C1	35.45	BaCl ₂	208.27	
N	14.01	H ₂ CO ₃	62.03	
Н	1.01	HC1	36.48	12.063
С	12.01	NH4OH	35.06	6.5
		$BaFe_{12}O_{19}$	1111.53	
		BaFe11,4Zn0,6O19	1117,248	
		ZnCl ₂	136,28	

Sintesis BaFe_{11,6}Zn_{0,6}O₁₉ dengan variasi pH 1; 2; 3; dan 4



11,4 FeCl₃+BaCl₂+78,6H₂O+H₂CO₃+0.6 ZnCl₂+37,4 NH₄OH → BaFe_{11.4}Zn_{0.6}O₁₉+37.4NH₄Cl+98H₂O+CO₂+0.3H₂

Mr	162,26	208,27	18,02	62,03	136,28	35,06	1117,248	53,50	18,02	44,01	2,02
Mol	0,1020	0,00894			0,00536	0,33463	0,00894				
Massa/ Vol						\$1,500 ml	10 gr				

Diharapkan akan dihasikan hasil akhir berupa serbuk $BaFe_{11,4}Zn_{0,6}O_{19}$ 10 gr

Perhitungan pH dan Pengenceran 1 Perhitungan pH

Misalkan menghitung pH 1, maka dapat

 $pH = -\log [H^+] \\ = -\log [10^{-1}] \\ = 1$

Cara perhitungan di atas sama dengan perhitungan untuk pH= 2, 3, dan 4.

Dari perhitungan pH diatas ehingga didapatkan komposisi masing-masing unsur penyusun $BaFe_{11,4}Zn_{0,6}O_{19}$ seperti pada tabel dibawah ini:

Konsentrasi x	Unsur/senyawa yang diperlukan (gram)			Larutan yang diperlukan (ml)			Senyawa yang terbentuk	
	FeCl ₃ .6H ₂ O	BaCO ₃	Zn	HCI	NH4OH	H ₂ O		
0,6	27,589	1,766	0,351	2,3744	51,5	1,839	BaFe _{11,4} Zn _{0,6} O ₁₉	

2. Perhitungan pengenceran

Misalkan pada pH= 1

Setelah itu dilakukan perhitungan pengenceran larutan HCl 12 M menjadi larutan yang mempunyai konsentrasi yang lebih kecil (larutan HCl 0,1 M). Sehingga dapat diketahui Volume air yang dibutuhkan untuk mengencerkan pH HCl dari 12 M menjadi 0,1 M (misalkan untuk yang pH=1) Diketahui:

V_{HCl} = 2,374 ml (sesuai dengan perhitungan stokiometri)

 $M_{HCl} = 12 \text{ mol/liter (sebelum diencerkan)}$

 $M_{HCl} = 0.1 \text{ mol/liter}$ (molaritas yang dikehendaki untuk membuat pH=1)

Ditanyakan: V air?

Penyelesaian:

 $M_1 \cdot V_1 = M_2 \cdot V_2$ 2,374 \cdot 12 = 0,1 \cdot V_2 28,488 = 0,1 \cdot V_2 V_2 = 284,88 ml

 $V_{air} = 284,88 - 2,374$ = 282,506 ml

Sehingga untuk mendapatkan pH=1 (0,1 mol/liter) diperlukan air 282,506 ml untuk mengencerkan HCl yang mempunyai molaritas 12 mol/liter. Dengan cara perhitungan yang sama didapatkan komposisi masing-masing unsur untuk nilai pH yang berbeda sebagai berikut:



Variasi	Unsur/senyawa yang diperlukan (gram)			Larutan yang diperlukan (ml)			Senyawa yang terbentuk	
рп	FeCl ₃ .6H ₂ O	BaCO ₃	Zn	HCI	NH4OH	H ₂ O		
1	27,589	1,766	0,351	2,3785	51,5	1,839	BaFe _{11,4} Zn _{0,6} O ₁₉	
2	27,589	1,766	0,351	2,3744	51,5	1,839	BaFe _{11,4} Zn _{0,6} O ₁₉	
3	27,589	1,766	0,351	2,3740	51,5	1,839	BaFe _{11,4} Zn _{0,6} O ₁₉	
4	27,589	1,766	0,351	2,3740	51,5	1,839	BaFe _{11,4} Zn _{0,6} O ₁₉	

Komposisi masing-masing unsur penyusun BaFe_{11,4}Zn_{0,6}O₁₉ pada pH=1, 2, 3, dan 4



LAMPIRAN B

HASIL ANALISA X'pert High Score Plus DATA XRD

Analisa pola difraksi sampel dilakukan dilakukan dengan menggunakan step-scanned Philips X-Pert Bragg Brentano Instrument di laboratorium Difraksi Sinar-X Institut Teknologi Sepuluh Nopember. XRD ini menggunakan panjang gelombang K- α_1 sebesar 1,5406 Å dan K- α_2 sebesar 1,54439 Å. Berdasarkan hasil analisa dengan menggunakan software X'pert High Score Plus akan diperoleh informasi fasa yang terkandung dalam sampel. Berikut merupakan hasil software X'pert High Score Plus pola difraksi pada T = 80°C dan T=150°C dengan holding time selama 4 jam.

Pola difraksi BaFe_{11,4}Zn_{0,6}O₁₉ pada T = 80° C dengan holding time selama 4 jam.

1. $BaFe_{11,4}Zn_{0,6}O_{19}$ pada pH = 1



Identified Patterns	List:
---------------------	-------

Visible	Ref. Code	Score	Compound Name	Displaceme nt [°2Th.]	Scale Factor	Chemical Formula
*	00-039- 1433	Unmatched Strong	Barium Iron Oxide	-0.038	0.483	Ba Fe ₁₂ O ₁₉
•	00-039- 1346	17	Maghemite -\ITC\RG, syn	-0.104	0.668	Fe ₂ O ₃
•	00-007- 0233	No Matching Lines	Barium Oxide	0.931	0.000	Ba O ₂

Plot of Identified Phases:



2. $BaFe_{11,4}Zn_{0,6}O_{19}$ pada pH = 2



Identified Patterns List:

Visible	Ref. Code	Score	Compound Name	Displaceme nt [°2Th.]	Scale Factor	Chemical Formula
*	00-007-	Unmatched	Barium Iron	0.370	2.562	BaFe ₁₂ O ₁₉
	0276	Strong	Oxide			
*	00-039-	24	Maghemite-	-0.080	0.950	Fe ₂ O ₃
	1346		\ITC\RG,			
			syn			

Plot of Identified Phases:





Identified Patterns List:

Visible	Ref. Code	Score	Compound Name	Displacem ent [°2Th.]	Scale Factor	Chemical Formula
*	00-039- 1433	Unmatche d Strong	Barium Iron Oxide	0.082	0.383	Ba Fe ₁₂ O ₁₉
*	00-040- 1139	Unmatche d Strong	Iron Oxide	-0.189	0.462	Fe ₂ O ₃
*	00-007- 0233	No Matching Lines	Barium Oxide	0.642	0.000	Ba O ₂

Plot of Identified Phases:



4. BaFe_{11,4}Zn_{0,6}O₁₉ pada pH = 4



Identified Patterns List:

Visible	Ref. Code	Score	Compound Name	Displacem ent [°2Th.]	Scale Factor	Chemical Formula
*	00-039- 1433	Unmatche d Strong	Barium Iron Oxide	0.250	3.081	Ba Fe ₁₂ O ₁₉
*	00-039- 0238	0	Iron Oxide	0.435	0.027	Fe ₂ O ₃
*	00-045- 1313	No Matching Lines	Barium Cloride	-0.287	0.000	Ba C I





Pola difraksi BaFe_{11,4}Zn_{0,6}O₁₉ pada T = 150° C dengan holding time selama 4 jam.



1. $BaFe_{11,4}Zn_{0,6}O_{19}$ pada pH = 1

Identified Patterns List:

Visible	Ref. Code	Score	Compound Name	Displacem ent [°2Th.]	Scale Factor	Chemical Formula
*	00-007- 0276	Unmatched Strong	Barium Iron Oxide	-0.393	0.444	Ba Fe ₁₂ O ₁₉
*	00-047- 1409	Unmatched Strong	Iron Oxide	-0.194	0.250	Fe ₂ O ₃

Plot of Identified Phases:



2. $BaFe_{11,4}Zn_{0,6}O_{19}$ pada pH = 2



Identified Patterns List:

Visible	Ref. Code	Score	Compoun d Name	Displace ment [°2Th.]	Scale Factor	Chemical Formula
*	00-007- 0276	Unmatch ed Strong	Barium Iron Oxide	-0.052	0.974	BaFe ₁₂ O ₁₉
*	00-040- 1139	Unmatch ed Strong	Iron Oxide	-0.148	0.905	Fe ₂ O ₃

Plot of Identified Phases:





Identified Patterns List:

Visible	Ref. Code	Score	Compoun d Name	Displacem ent [°2Th.]	Scale Factor	Chemical Formula
*	00-007- 0276	Unmatche d Strong	Barium Iron Oxide	-0.086	0.543	Ba Fe ₁₂ O ₁₉
•	00-040- 1139	Unmatche d Strong	Iron Oxide	-0.164	0.659	Fe ₂ O ₃

Plot of Identified Phases:


4. BaFe_{11,4}Zn_{0,6}O₁₉ pada pH = 4



Identified Patterns List:

Visible	Ref. Code	Score	Compound Name	Displacem ent [°2Th.]	Scale Factor	Chemical Formula
*	00-043- 0002	5	Barium Iron Oxide	0.386	0.462	BaFe ₁₂ O ₁₉
*	00-040- 1139	Unmatche d Strong	Iron Oxide	0.103	0.746	Fe ₂ O ₃

Plot of Identified Phases:



96 "Halaman ini sengaja dikosongkan"

LAMPIRAN C

ANALISA UKURAN KRISTAL BaFe_{11,4}Zn_{0,6}O₁₉ DENGAN PROGRAM X'pert High Score Plus

Ukuran partikel serbuk dapat dihitung menggunakan rumus Scherer dengan memanfaatkan data XRD dan software X'pert High Score Plus. Software ini digunakan untuk menentukan nilai FWHM dari sebuah peak dalam data XRD. Setiap peak akan memiliki nilai FWHM yang berbeda bergantung dari jenis kurvanya. Jika peak yang ada lebih mendekati ke bentuk lorentzian maka nilai FWHM nya akan mendekati sama dengan FWHM lorentsian, begitu pula sebaliknya untuk gaussian

FWHM STANDAR

2 Theta	FWHM		
13.8517	0.068817		
19.5397	0.061828		
22.5666	0.069357		
26.5615	0.062668		
28.9435	0.069553		
32.2416	0.062482		

FWHM standar ITS yang digunakan adalah sampel standar Yittria

	35.3307	0.062406	1957
38.2165		0.0721	1
	39.1563	0.054859	
	40.0577	0.09	
	47.023	0.06549	
	49.5082	0.071741	
	52.0024	0.0923	
	53.5656	0.07422	





Contoh Perhitungan:

Diketahui: 20=24,3034°→ 0= 0,21198 rad

k=0,9

λ=0,154056 nm

FWHM = 0,1181°= 0,002060 rad

FWHM standar = regresi linear sampel standar Yittria

$$= 0,0012^{\circ}x + 0,061^{\circ}$$
$$= (0,0012^{\circ}x24,84^{\circ}) + 0,061^{\circ}$$
$$= 0,06152^{\circ}$$
$$= 0,001069 \text{ rad}$$

Didapatkan ukuran kristal:

$$D = \frac{k \times \lambda}{(FWHM - FWHM \, sd) \times \cos\theta}$$
$$D = \frac{0.9 \times 0.154056}{(0.002060 - 0.001069) \times \cos 0.21198}$$
$$= \frac{0.1386}{(0.0009) \times (0.99)}$$
$$D = 1359.85nm$$

Dari contoh perhitungan diatas didapatkan data sebagai berikut:

 \checkmark pH = 1 pada T=80°C

pH	D (nm)					
	Fe ₂ O ₃ (Hematit)	BaM	BaO	BaCl		
1	76,9133	13,069	13,984			
2	54,16066	19,53287	-			
3	30,82129	17,85541	38,77642			
4	30,00959	22,98311	-	24,15865		

✓ pH = 1 pada $T=150^{\circ}C$

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

LAMPIRAN D

Data Vibrating Sample Magnetometer (VSM)

Data VSM berikut ini untuk menentukan sifat kemagnetan suatu material berdasarkan kurva histeresisnya.

Data	VSM	Barium	M	-Heksaferit	pada	pH	1	dengan	Т	=
150°C	deng	an $m = 0$	300,	8864 gram.						

emu	tesla	emu/gr
1,93E-02	0,00E+00	2,182216
1,96E-02	7,00E-04	2,216727
2,11E-02	4,60E-03	2,380598
2,42E-02	9,60E-03	2,725616
2,76E-02	1,41E-02	3,113753
3,10E-02	1,91E-02	3,50189
3,42E-02	2,37E-02	3,855545
3,70E-02	2,80E-02	4,174673
3,97E-02	3,20E-02	4,476572
4,19E-02	3,76E-02	4,726715
4,37E-02	4,08E-02	4,925102
4,55E-02	4,52E-02	5,132104
4,72E-02	4,95E-02	5,321854
4,88E-02	5,37E-02	5,502989
5,03E-02	5,79E-02	5,675509
5,18E-02	6,33E-02	5,839369
5,31E-02	6,77E-02	5,986
5,43E-02	7,19E-02	6,124016
5,55E-02	7,62E-02	6,262032
5,67E-02	8,03E-02	6,391411
5,76E-02	8,47E-02	6,503538
5,87E-02	8,92E-02	6,62428
5,98E-02	9,44E-02	6,745044

6,06E-02	9,74E-02	6,831304
6,14E-02	1,02E-01	6,926179
6,22E-02	1,06E-01	7,021054
6,30E-02	1,10E-01	7,107314
6,39E-02	1,16E-01	7,210803
6,46E-02	1,20E-01	7,288426
6,52E-02	1,23E-01	7,357434
6,59E-02	1,27E-01	7,435057
6,67E-02	1,32E-01	7,521317
6,74E-02	1,37E-01	7,607577
6,80E-02	1,41E-01	7,676585
6,87E-02	1,46E-01	7,754208
6,93E-02	1,50E-01	7,823216
7,00E-02	1,54E-01	7,892202
7,06E-02	1,58E-01	7,969847
7,13E-02	1,64E-01	8,038833
7,19E-02	1,68E-01	8,107841
7,24E-02	1,71E-01	8,168212
7,29E-02	1,77E-01	8,228605
7,35E-02	1,81E-01	8,288976
7,39E-02	1,85E-01	8,340732
7,45E-02	1,89E-01	8,401103
7,49E-02	1,94E-01	8,452859
7,54E-02	1,98E-01	8,504615
7,58E-02	2,02E-01	8,556348
7,63E-02	2,07E-01	8,608104
7,67E-02	2,11E-01	8,651246

n = 0,01449	8 gram.	
emu	tesla	emu/gr
4,80E-02	0,00E+00	3,311759
4,89E-02	1,10E-03	3,375046
5,58E-02	5,60E-03	3,849655
6,97E-02	1,04E-02	4,804155
8,36E-02	1,50E-02	5,763949
9,78E-02	1,99E-02	6,744825
1,11E-01	2,55E-02	7,62549
1,21E-01	2,97E-02	8,379594
1,29E-01	3,29E-02	8,928038
1,38E-01	3,73E-02	9,497578
1,45E-01	4,15E-02	10,03019
1,52E-01	4,59E-02	10,51536
1,60E-01	5,13E-02	11,0533
1,65E-01	5,53E-02	11,38552
1,70E-01	5,97E-02	11,75467
1,76E-01	6,41E-02	12,11327
1,81E-01	6,83E-02	12,45077
1,85E-01	7,37E-02	12,76717
1,89E-01	7,67E-02	13,00976
1,93E-01	8,11E-02	13,28397
1,96E-01	8,53E-02	13,54237
2,00E-01	9,08E-02	13,80077
2,04E-01	9,50E-02	14,04336

9,92E-02

1,04E-01

1,08E-01

1,12E-01

1,17E-01

1,21E-01

1,25E-01

14,27008

14,49154

14,70789

14,92409

15,12441

15,2932

15,4725

2,07E-01

2,10E-01

2,13E-01

2,16E-01

2,19E-01

2,22E-01

2,24E-01

Data VSM Barium M –Heksaferit pada pH 2 dengan T = 150° C dengan m = 0,014498 gram.

2,27E-01	1,29E-01	15,64654
2,30E-01	1,34E-01	15,8416
2,32E-01	1,38E-01	15,97348
2,34E-01	1,42E-01	16,13163
2,36E-01	1,47E-01	16,28452
2,38E-01	1,51E-01	16,43756
2,40E-01	1,56E-01	16,5852
2,42E-01	1,60E-01	16,69593
2,44E-01	1,64E-01	16,82781
2,46E-01	1,69E-01	16,9543
2,48E-01	1,73E-01	17,08093
2,50E-01	1,77E-01	17,21268
2,51E-01	1,81E-01	17,3129
2,53E-01	1,86E-01	17,43414
2,55E-01	1,90E-01	17,55551
2,56E-01	1,94E-01	17,6874
2,58E-01	2,00E-01	17,80863
2,60E-01	2,03E-01	17,90886

Data VSM Barium M –Heksaferit pada pH 3 dengan T = 150°C dengan m = 0,014482 gram.

emu	tesla	emu/gr
2,52E-02	0,00E+00	2,190712
2,55E-02	5,00E-04	2,217349
2,78E-02	7,10E-03	2,423775
3,35E-02	9,40E-03	2,916504
4,01E-02	1,39E-02	3,489178
4,66E-02	1,88E-02	4,055167
5,24E-02	2,35E-02	4,561214
5,77E-02	2,88E-02	5,027323
6,24E-02	3,20E-02	5,433508
6,65E-02	3,74E-02	5,79307

6,94E-02	4,06E-02	6,046103
7,26E-02	4,49E-02	6,325772
7,59E-02	5,13E-02	6,612091
7,84E-02	5,34E-02	6,825186
8,09E-02	5,77E-02	7,044931
8,32E-02	6,20E-02	7,244689
8,55E-02	6,74E-02	7,444448
8,76E-02	7,16E-02	7,630888
8,96E-02	7,59E-02	7,80401
9,15E-02	8,01E-02	7,970481
9,31E-02	8,44E-02	8,110316
9,48E-02	8,89E-02	8,256801
9,63E-02	9,30E-02	8,389985
9,79E-02	9,71E-02	8,52982
9,95E-02	1,02E-01	8,669654
1,01E-01	1,06E-01	8,82279
1,03E-01	1,10E-01	8,969292
1,05E-01	1,15E-01	9,109126
1,06E-01	1,19E-01	9,202338
1,07E-01	1,23E-01	9,308885
1,08E-01	1,27E-01	9,422083
1,09E-01	1,33E-01	9,528613
1,11E-01	1,37E-01	9,628492
1,12E-01	1,41E-01	9,721721
1,13E-01	1,45E-01	9,82825
1,14E-01	1,49E-01	9,92813
1,15E-01	1,56E-01	10,00139
1,16E-01	1,58E-01	10,0946
1,17E-01	1,62E-01	10,18116
1,18E-01	1,67E-01	10,25441
1,19E-01	1,71E-01	10,34097
1,20E-01	1,77E-01	10,43419
1,21E-01	1,79E-01	10,50079
1,21E-01	1,84E-01	10,57403

1,22E-01	1,89E-01	10,64727
1,23E-01	1,93E-01	10,72718
1,24E-01	1,98E-01	10,79376
1,25E-01	2,02E-01	10,86035
1,25E-01	2,06E-01	10,92027
1,26E-01	2,10E-01	10,99352

Data VSM Barium M –Heksaferit pada pH 4 dengan T = 150° C dengan m = 0,011236 gram.

emu	tesla	emu/gr
3,15E-02	3,00E-04	2,803446
3,23E-02	4,10E-03	2,878292
3,66E-02	5,40E-03	3,259354
4,39E-02	1,03E-02	3,905784
5,15E-02	1,61E-02	4,586231
5,92E-02	2,09E-02	5,266677
6,76E-02	2,66E-02	6,015173
7,24E-02	2,97E-02	6,443844
7,78E-02	3,39E-02	6,926972
8,20E-02	3,83E-02	7,301238
8,64E-02	4,25E-02	7,689096
9,04E-02	4,69E-02	8,049734
9,42E-02	5,12E-02	8,383152
9,77E-02	5,53E-02	8,696147
1,01E-01	5,96E-02	8,981939
1,04E-01	6,40E-02	9,260917
1,07E-01	6,93E-02	9,526303
1,10E-01	7,36E-02	9,784858
1,12E-01	7,67E-02	9,975398
1,15E-01	8,09E-02	10,19314
1,17E-01	8,53E-02	10,39727
1,19E-01	9,07E-02	10,6014
1,21E-01	9,49E-02	10,79872

1,23E-01	9,91E-02	10,98926
1,26E-01	1,04E-01	11,17297
1,28E-01	1,09E-01	11,34988
1,29E-01	1,12E-01	11,48598
1,31E-01	1,16E-01	11,63567
1,32E-01	1,21E-01	11,78538
1,34E-01	1,25E-01	11,92826
1,36E-01	1,29E-01	12,07116
1,37E-01	1,33E-01	12,20726
1,39E-01	1,38E-01	12,33655
1,40E-01	1,43E-01	12,46583
1,42E-01	1,47E-01	12,5951
1,43E-01	1,52E-01	12,74481
1,44E-01	1,56E-01	12,81966
1,45E-01	1,60E-01	12,93533
1,47E-01	1,64E-01	13,04419
1,48E-01	1,69E-01	13,15987
1,49E-01	1,73E-01	13,27555
1,50E-01	1,77E-01	13,36402
1,51E-01	1,81E-01	13,46609
1,52E-01	1,87E-01	13,56815
1,54E-01	1,91E-01	13,67022
1,55E-01	1,94E-01	13,75186
1,56E-01	1,99E-01	13,84713
1,57E-01	2,03E-01	13,93564
1,57E-01	2,08E-01	14,0173
1,58E-01	2,12E-01	14,09894
1 50E 01	2 17E 01	1/ 1806

BIODATA PENULIS



Penulis berasal dari kota Soto, yakni Lamongan dan dilahirkan di kota yang sama pada 03 Februari 1990 dari pasangan Bapak Su'ud dan Ibu Sulati, Penulis biasa dipanggil "Nina" vang merupakan anak sulung dari dua bersaudara. Motto hidup penulis adalah "Meniadi pribadi vang baik, berijwa besar, dan bermanfaat bagi sesama". Penulis telah menempuh pendidikan formal

di TK BUNGA HARAPAN V. SDN DLANGGU II. SMPN 2 Lamongan, dan SMAN 2 Lamongan. Setelah lulus dari SMAN tahun 2008, penulis mengikuti jalur SNMPTN dan diterima di jurusan Fisika ITS pada tahun 2008 terdaftar dengan NRP 1108100039. Di Jurusan Fisika ini, penulis mengambil bidang minat fisika material. Selama menjadi mahasiswa Fisika ITS penulis aktif dalam organisasi diantaranya sebagai Staff Departemen KOMINFO HIMASIKA ITS dan staff KOMINFO BEM FMIPA ITS periode 2009-2010, Sekretaris Departemen KOMINFO HIMASIKA ITS dan Bendahara Umum UKM Cinta Rebana periode 2010-2011. Penulis juga tergabung dalam tim UKM Cinta Rebana ITS periode 2009 -2011. Penulis juga aktif mengikuti seminar, pelatihan, dan kepanitiaan kegiatan, antara lain ISAMA (International Symposium Advanced Material and Aplication), Latihan Ketrampilan Managemen Mahasiswa pra-Tingkat Dasar (LKMM pra-TD), LKMM TD (Tingkat Dasar), serta dipercaya sebagai SC Gebyar Fisika 2011. Selain itu, penulis juga aktif sebagai Asisten Laboratorium Fisika Dasar dan