

## ANALISIS FASA DAN SIFAT MAGNETIK BAHAN ABSORBER $Ni_{(0,5-x)}Nd_xFe_{2,5}O_4$

### PHASE ANALYSIS AND MAGNETIC PROPERTIES OF $Ni_{(0,5-x)}Nd_xFe_{2,5}O_4$ ABSORBING MATERIALS

Yunasfi<sup>a</sup>, Maspin Apit<sup>b</sup>, Wisnu A. A.<sup>a</sup> dan Emriadi<sup>b</sup>

<sup>a</sup> Pusat Sains dan Teknologi Bahan Maju (PSTBM) – BATAN  
Kawasan PUSPIPTEK, Serpong, Tangerang Selatan

<sup>b</sup> Jurusan Kimia, FMIPA – UNAND, Padang, Sumatera Barat

E-mail : yunasfi@gmail.com, maspinapit@gmail.com,  
dwisnuaa@gmail.com, emriadi\_62@yahoo.com

#### Abstrak

Telah dilakukan analisis fasa dan sifat magnetik pada bahan penyerap gelombang mikro  $Ni_{(0,5-x)}Nd_xFe_{2,5}O_4$  hasil sintesis dengan metode ko-presipitasi. Serbuk  $Ni_{(0,5-x)}Nd_xFe_{2,5}O_4$  ( $x = 0,0; 0,2$  dan  $0,4$ ) disintesis dengan mencampurkan serbuk  $NiCl_2$ ,  $NdCl_3$  dan  $FeCl_3$  sesuai dengan perbandingan molnya masing-masing. Identifikasi fasa dengan XRD (*X-Ray Diffractometer*) menunjukkan telah terbentuknya komposit  $Ni_{(0,5-x)}Nd_xFe_{2,5}O_4$  dengan munculnya fasa  $NiFe_2O_4$ ,  $NdFeO_3$  dan  $Fe_2O_3$ . Pengamatan morfologi dengan SEM (*Scanning Electron Microscope*) menunjukkan terbentuknya butiran yang tidak homogen dengan ukuran antara  $100\text{ nm} - 200\text{ nm}$ . Sifat magnetik sampel yang dianalisis dengan VSM (*Vibrating Sample Magnetometer*) menunjukkan bahwa sampel berperilaku ferromagnetik, nilai  $M_s$  semakin rendah dari  $36,6$  sampai  $21,8\text{ emu/g}$  sedangkan nilai  $H_c$  semakin besar dari  $140,5$  sampai  $191,5\text{ Oe}$  seiring dengan penambahan kandungan ion  $Nd^{3+}$ . Kemampuan penyerapan gelombang mikro yang diukur dengan VNA (*Vector Network Analyzer*) menunjukkan nilai RL (*Reflection Loss*) maksimum pada komposisi sampel  $x = 0,2$  sekitar  $-23,9\text{ dB}$  pada frekuensi  $10,60\text{ GHz}$ . Berarti bahwa serbuk  $Ni_{(0,3)}Nd_{0,2}Fe_{2,5}O_4$  mampu menyerap gelombang mikro sebesar  $\sim 94\%$  pada frekuensi  $10,60\text{ GHz}$ .

Kata kunci :  $Ni_{(0,5-x)}Nd_xFe_{2,5}O_4$ , Sifat magnetik, Bahan absorber, Metode ko-presipitasi.

#### Abstract

*Phase analysis and magnetic properties of  $Ni_{(0,5-x)}Nd_xFe_{2,5}O_4$  microwave absorbing materials synthesized by using co-precipitation method have been carried out. Powder of  $Ni_{(0,5-x)}Nd_xFe_{2,5}O_4$  (with  $x = 0,0; 0,2; \text{ and } 0,4$ ) was synthesized from the mixture of  $NiCl_2$ ,  $NdCl_3$  and  $FeCl_3$  in mole ratio. The identification result of X-ray diffractometer (XRD) shows that all samples are composite which indicated by the appearance of formed three phases, namely  $NiFe_2O_4$ ,  $NdFeO_3$  and  $Fe_2O_3$ . Morphological observation by SEM (Scanning Electron Microscope) shows the formation of un-homogeneous particles on the surface of the sample with particle size is around  $100\text{-}200\text{ nm}$ . The magnetic properties measurement by using VSM (Vibrating Sample Magnetometer) shows that all sample exhibited ferromagnetic behavior, in which the  $M_s$  value decrease from  $36,6$  up to  $21,8\text{ emu/g}$ , meanwhile the  $H_c$  value increase from  $140,5$  up to  $191,5\text{ Oe}$  along with the increasing concentration of  $Nd^{3+}$  ion ( $x$  values). Microwave absorption properties were measured by using VNA (Vector Network Analyzer) which indicated that the maximum value of RL (reflection loss) obtained at the composition of  $x = 0,2$  around  $-23,9\text{ dB}$  at a frequency of  $10,60\text{ GHz}$ . It means the  $Ni_{0,3}Nd_{0,2}Fe_{2,5}O_4$  sample can absorb microwaves up to  $\sim 94\%$  at  $10,60\text{ GHz}$ .*

**Key Words :**  $Ni_{(0,5-x)}Nd_xFe_{2,5}O_4$ , *Absorbing materials, Magnetic properties, Co-precipitation method.*

Diterima (received) : 23 Maret 2017,  
Disetujui (accepted) : 08 Maret 2018

Direvisi (revised) : 20 Februari 2018

## PENDAHULUAN

Sintesis dan karakterisasi nanomaterial dalam beberapa tahun terakhir merupakan salah satu objek penelitian yang sangat menarik dan telah banyak menjadi fokus penelitian baik untuk kepentingan ilmiah maupun teknologi, salah satunya adalah nanopartikel spinel ferit. Nanopartikel spinel ferit memiliki rumus struktur  $MFe_2O_4$  (M adalah ion logam divalen, seperti Ni, Co, Cu, Mn, Mg, Zn, Fe) dengan struktur kristal kubik spinel<sup>1)</sup>.

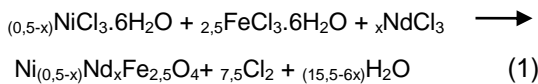
Salah satu nanopartikel spinel ferit yang banyak dikembangkan saat ini adalah nanopartikel nikel ferit ( $NiFe_2O_4$ ). Nanopartikel  $NiFe_2O_4$  merupakan material *soft magnetic* dengan koersivitas dan magnetisasi saturasi yang rendah tetapi memiliki resistivitas listrik yang tinggi sehingga membuat material ini sangat cocok untuk aplikasi bidang magnetik dan magneto-optik<sup>2)</sup>. Nanopartikel  $NiFe_2O_4$  menampilkan kurva histeresis yang sempit sehingga material ini dapat digunakan sebagai bahan inti yang baik untuk transformator daya dan aplikasi di bidang telekomunikasi<sup>2,3)</sup>. Di bidang telekomunikasi, banyaknya penyedia layanan telekomunikasi membuat semakin padatnya lalu lintas pancaran gelombang elektromagnet pada atmosfer bumi. Hal ini berdampak juga pada alat elektronik lain yang menggunakan teknologi yang sama, mulai dari *noise* (gangguan) hingga *error* (tidak berfungsinya suatu alat). Untuk itu dibutuhkan material penyerap gelombang elektromagnet yang berfungsi sebagai filter dari banyaknya radiasi gelombang. Pada aplikasi militer, bahan penyerap gelombang dapat digunakan untuk menghindari deteksi gelombang radar<sup>3)</sup>.

Modifikasi untuk meningkatkan sifat listrik dan magnetik dari spinel  $NiFe_2O_4$  telah mulai dilakukan dengan penambahan kation divalen, trivalen atau tetravalen ke kisi *spinel*. Substitusi sejumlah kecil ion logam tanah jarang ke dalam spinel ferit dapat mendistorsi struktur karena jari-jari ioniknya menjadi besar sehingga menginduksi *strain* dan secara signifikan akan merubah sifat listrik, magnet dan struktur mikro<sup>4)</sup>. Ion tanah jarang berperan penting dalam menentukan anisotropi kristal magnet (*magneto*

*crystalline anisotropy*) dalam senyawa intermetalik  $4f-3d^{4-6)$ . Sifat-sifat spinel  $NiFe_2O_4$  dapat diatur dengan baik oleh masuknya ion tanah jarang yang cocok sehingga memiliki aplikasi yang luas. Faktor-faktor yang mempengaruhi sifat spinel  $NiFe_2O_4$  adalah komposisi dan struktur mikro, metode sintesis dan juga suhu sintering<sup>7)</sup>. Metode untuk substitusi logam tanah jarang ke dalam senyawa spinel  $NiFe_2O_4$  telah banyak dikembangkan baik secara fisika maupun kimia. Pada penelitian sebelumnya telah berhasil dilakukan substitusi dengan ion  $Nd^{3+}$  pada senyawa  $NiFe_2O_4$  dengan teknik milling menghasilkan serbuk  $NiFe_2O_4-NdFeO_3$  dengan nilai  $M_s$  selitar 20 emu/g<sup>8)</sup>. Sedangkan pada penelitian lain juga telah berhasil dilakukan substitusi ion  $La^{3+}$  pada senyawa  $NiFe_2O_4$  membentuk senyawa  $Ni_{(1,5-x)}La_xFe_{1,5}O_4$  dengan metode sol-gel menunjukkan nilai  $M_s$  sekitar 10 emu/g dan serapan gelombang mikro sekitar 95 % untuk nilai  $x = 1,0$  (senyawa  $Ni_{0,5}LaFe_{1,5}O_4$ )<sup>9)</sup>. Dan juga, Maspin<sup>10)</sup> telah mempelajari efek penambahan ion  $Nd^{3+}$  pada nikel ferit dengan metode kopresipitasi yang menghasilkan senyawa dalam bentuk serbuk  $NiFe_2O_4-Fe_2O_4-NdFeO_3$ . Pada penelitian ini dilanjutkan dengan analisis struktur kristal, pengamatan morfologi, sifat magnet dan hubungannya dengan serapan gelombang mikro dari serbuk  $Ni_{(0,5-x)}Nd_xFe_{2,5}O_4$  ( $x = 0,0; 0,2$  dan  $0,4$ ) yang disintesis dengan metode ko-presipitasi. Metode ko-presipitasi dipilih dalam penelitian ini karena dapat dilakukan pada kondisi lingkungan normal. Dengan menggunakan metode ini, struktur kristal dan sifat magnetik dari sampel yang disintesis dapat dioptimalkan dengan mengontrol parameter-parameter sintesis seperti suhu, bahan pelarut, pH larutan, kecepatan pengadukan, lama pengadukan, konsentrasi garam logam, konsentrasi ko-presipitan dan konsentrasi surfaktan<sup>11)</sup>. Diharapkan dari hasil penelitian ini dapat memberikan informasi karakteristik bahan berbasis sistem ferit yang disubstitusi dengan logam tanah jarang untuk penyerapan gelombang mikro.

## BAHAN DAN METODE

Bahan dasar utama yang digunakan pada penelitian ini adalah serbuk  $FeCl_3 \cdot 6H_2O$  (merck), serbuk  $NiCl_3 \cdot 6H_2O$  (merck), serbuk  $Nd_2O_3$  (purity 99,5%), larutan HCl 25%, larutan  $NH_4OH$  4M, *demineralized water (DM Water)*<sup>10</sup>. Pembuatan serbuk  $NdCl_3$  dilakukan dengan menimbang  $Nd_2O_3$  sebanyak 33,56 g, kemudian ditambahkan larutan HCl 25% sebanyak 78,04 ml, distirer sambil dipanaskan pada suhu 80°C sampai terbentuk endapan  $NdCl_3$  dan kemudian dikeringkan dalam oven suhu 120°C. Selanjutnya, serbuk  $FeCl_3 \cdot 6H_2O$ , serbuk  $NiCl_3 \cdot 6H_2O$ , dan serbuk  $NdCl_3$  masing-masing ditimbang sesuai dengan perbandingan mol masing-masing serbuk dengan berat total 10 gram. Komposisi kimia untuk sampel  $Ni_{(0,5-x)}Nd_xFe_{2,5}O_4$  dengan ( $x = 0; 0,2$  dan  $0,4$ ) disintesis berdasarkan persamaan reaksi sebagai berikut :

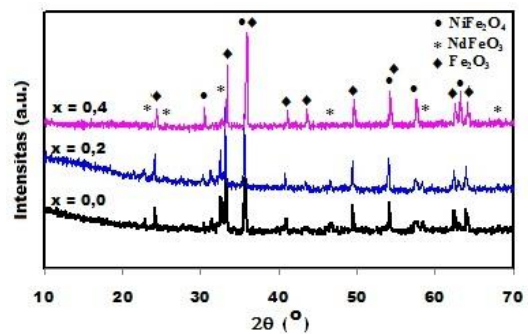


Masing-masing campuran serbuk dilarutkan dengan *Demineralized Water (DM Water)* kemudian dipanaskan sampai suhu 80°C sambil diaduk dengan magnetik stirrer dan selanjutnya ditambahkan larutan  $NH_4OH$  sampai pH = 9 untuk membentuk endapan. Endapan yang terbentuk dicuci beberapa kali sampai menunjukkan pH=7. Selanjutnya dilakukan pengeringan dengan oven sampai suhu 120°C. Masing-masing campuran serbuk yang sudah kering ini disinter pada suhu 1200 °C selama 3 jam<sup>10</sup>.

Masing-masing serbuk  $Ni_{(0,5-x)}Nd_xFe_{2,5}O_4$  yang terbentuk, dilakukan identifikasi fasa dengan peralatan XRD (*Difraktometer Sinar-X*) merek Phillips Panalytical Empyrean PW1710, pengamatan morfologi dilakukan dengan alat SEM (*Scanning Electron Microscope*) merek merek JEOL. Pengukuran sifat magnetnya dilakukan dengan peralatan VSM (*Vibrating Sample Magnetometer*) tipe OXFORD dengan kisaran medan magnet luar  $\pm 1$  Tesla pada suhu ruang. Semua perlatan ini terpasang di Bidang Sains Bahan Maju (BSBM), PSTBM-BATAN. Serta pengukuran serapan gelombang mikro dilakukan dengan alat VNA (*Vector Network Analyzer*) merek Advatest-R3370 300 KHz - 20 GHz yang terpasang di PPET, LIPI – Bandung.

## HASIL DAN PEMBAHASAN

Untuk mengetahui struktur kristal dan fasa yang terbentuk dari serbuk  $Ni_{(0,5-x)}Nd_xFe_{2,5}O_4$  ( $x = 0,0; 0,2$  dan  $0,4$ ) hasil sintesis dengan metode ko-presipitasi ditunjukkan pada Gambar 1. Pola difraksi yang dihasilkan beserta data intensitas relatifnya dicocokkan dengan data pola difraksi material tertentu dengan posisi puncak dan intensitas yang paling sesuai dengan bantuan perangkat lunak Match! Edisi ke-3 dan bersumber pada data pola difraksi dari *Crystallography Open Database* (COD).



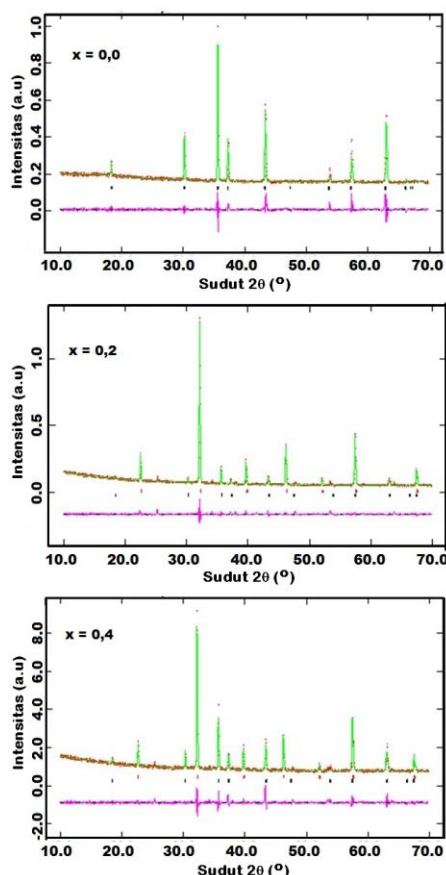
Gambar 1.  
Pola XRD serbuk  $Ni_{(0,5-x)}Nd_xFe_{2,5}O_4$   
( $x = 0,0; 0,2$  dan  $0,4$ )

Berdasarkan identifikasi fasa yang telah dilakukan menggunakan perangkat lunak Match yang ditampilkan pada Tabel 1, diketahui bahwa untuk sampel  $x = 0,0$  ( $Ni_{0,5}Fe_{2,5}O_4$ ) menunjukkan seluruh puncak utama yang terbentuk memiliki posisi sudut difraksi dan intensitas yang sesuai dengan fasa  $NiFe_2O_4$  dan  $Fe_2O_3$ . Puncak utama yang muncul pada sudut  $2\theta$  di sekitar sudut 35° yang merupakan puncak bidang (311) dari  $NiFe_2O_4$  yang berbentuk kubik spinel, sedangkan fasa  $Fe_2O_3$  ditunjukkan dengan puncak utama yang muncul pada di sekitar sudut 33° yang merupakan puncak bidang (104) dari  $\alpha-Fe_2O_3$  yang berbentuk heksagonal. Dengan adanya substitusi ion  $Nd^{3+}$  (nilai  $x$  semakin besar) maka pola difraksi menunjukkan adanya puncak baru yang muncul yaitu fasa  $NdFe_2O_3$ , yang puncak utamanya pada sudut  $2\theta$  di sekitar sudut 32° yang merupakan puncak bidang (112) dari  $NiFe_2O_4$  yang berbentuk ortorombik, sesuai dengan data literatur COD card no. 1006116.

Tabel 1.  
Hasil identifikasi fasa serbuk  
 $Ni_{(0,5-x)}Nd_xFe_{2,5}O_4$  ( $x = 0,0; 0,2$  dan  $0,4$ ).

| Nilai<br>x | Fasa (%)                         |                                |                    |
|------------|----------------------------------|--------------------------------|--------------------|
|            | NiFe <sub>2</sub> O <sub>4</sub> | Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> | NdFeO <sub>3</sub> |
| 0,0        | 92,1                             | 7,9                            | -                  |
| 0,2        | 82,5                             | 15,8                           | 1,4                |
| 0,4        | 41,2                             | 44,1                           | 14,7               |

Pola difraksi sinar-X dari serbuk NiFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub> disubstitusi ion Nd<sup>3+</sup> yang disintesis dengan metode ko-presipitasi dengan variasi kandungan ion Nd<sup>3+</sup> ( $x = 0,0; 0,2$  dan  $0,4$ ) ditunjukkan pada Gambar 1. Pada pola difraksi terlihat bahwa NiFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub> sebelum disubstitusi ion Nd<sup>3+</sup> ( $x = 0,0$ ) terbentuk 2 fasa, yaitu fasa dari NiFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub> dan Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, sedangkan dengan adanya substitusi ion Nd<sup>3+</sup> menunjukkan adanya penambahan fasa, yaitu fasa dari NdFeO<sub>3</sub>, sesuai dengan yang ditunjukkan oleh Yousefi<sup>12</sup>.



Gambar 2.  
Refinement pola XRD serbuk  $Ni_{(0,5-x)}Nd_xFe_{2,5}O_4$  ( $x = 0,0; 0,2$  dan  $0,4$ )

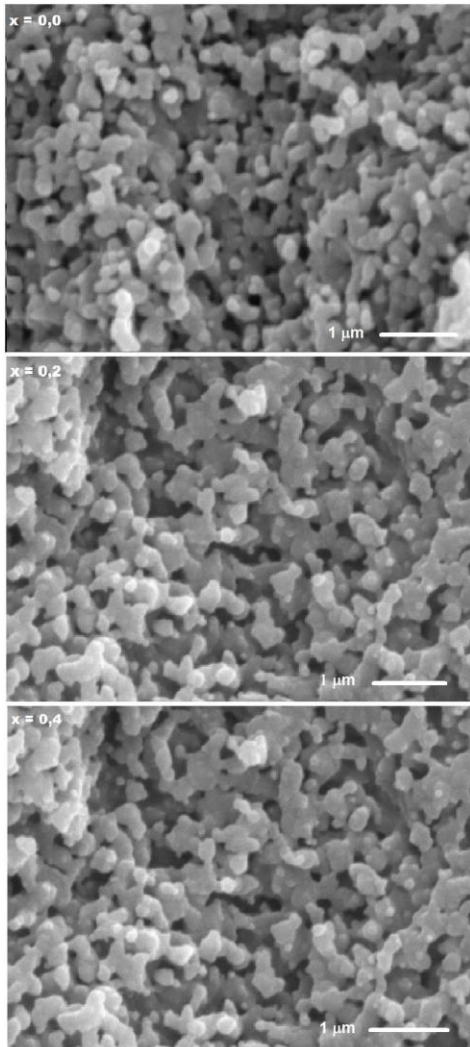
Untuk membuktikan bahwa serbuk-serbuk tersebut adalah multi fasa maka dilakukan analisis lebih lanjut. Gambar 2 memperlihatkan hasil *refinement* pola XRD dari serbuk  $Ni_{(0,5-x)}Nd_xFe_{2,5}O_4$  ( $x = 0,0; 0,2$  dan  $0,4$ ) hasil sintesis dengan metode ko-

presipitasi Hasil analisis struktur kristal berupa hasil *refinement fitting* dari pola XRD serbuk  $Ni_{(0,5-x)}Nd_xFe_{2,5}O_4$  ( $x = 0,0; 0,2$  dan  $0,4$ ) menunjukkan bahwa telah terbentuk puncak-puncak difraksi yang terdiri dari multi fasa, yaitu fasa-fasa NiFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub>, Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> dan NdFeO<sub>3</sub>

Tabel 2.  
Parameter kisi, struktur kristal, *criteria* (faktor R) dan *goodness of fit* (S) serbuk  $Ni_{(0,5-x)}Nd_xFe_{2,5}O_4$  ( $x = 0,0; 0,2$  dan  $0,4$ )

|                          | x = 0,0                                   | x = 0,2                                   | x = 0,4                                   |
|--------------------------|---|---|---|
|                          | <b>Fasa NiFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub></b> | <b>Fasa NiFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub></b> | <b>Fasa NiFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub></b> |
| Sistem kristal           | Kubik                                     | Kubik                                     | Kubik                                     |
| Grup ruang               | F d -3 m                                  | F d -3 m                                  | F d -3 m                                  |
| Parameter kisi (Å)       | a=b=c= 8,3705                             | a=b=c= 8,3383                             | a=b=c= 8,3473                             |
|                          | α=β=γ = 90°                               | α=β=γ = 90°                               | α=β=γ = 90°                               |
| V (Å <sup>3</sup> )      | 586,486                                   | 579,744                                   | 579,724                                   |
| ρ (gr.cm <sup>-3</sup> ) | 5,585                                     | 5,650                                     | 5,546                                     |
|                          | <b>Fasa Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub></b>   | <b>Fasa Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub></b>   | <b>Fasa Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub></b>   |
| Sistem kristal           | Trigonal                                  | Trigonal                                  | Trigonal                                  |
| Grup ruang               | R -3 c                                    | R -3 c                                    | R -3 c                                    |
| Parameter kisi (Å)       | a=b=5,5630                                | a=b=5,5225                                | a=b=5,0355                                |
|                          | c=7,8530                                  | c=7,8530                                  | c=7,7471                                  |
|                          | α=β= 0°                                   | α=β=90°                                   | α=β=90°                                   |
|                          | γ = 120°                                  | γ = 120°                                  | γ = 120°                                  |
| V (Å <sup>3</sup> )      | 242,237                                   | 60,280                                    | 60,289                                    |
| ρ (gr.cm <sup>-3</sup> ) | 6,656                                     | 6,642                                     | 6,641                                     |
|                          | <b>Fasa NdFeO<sub>3</sub></b>             | <b>Fasa NdFeO<sub>3</sub></b>             | <b>Fasa NdFeO<sub>3</sub></b>             |
| Sistem kristal           | Tidak ada                                 | Ortorombik                                | Ortorombik                                |
| ρ (gr.cm <sup>-3</sup> ) | Tidak ada                                 | 6,829                                     | 6,829                                     |
| Parameter kisi (Å)       | Tidak ada                                 | a=4,4748                                  | a=5,5887                                  |
|                          |   | b=6,3529                                  | b=7,7619                                  |
|                          |   | c=3,921                                   | c=5,4489                                  |
|                          |   | α=β=γ = 90°                               | α=β=γ = 90°                               |
| V (Å <sup>3</sup> )      | Tidak ada                                 | 72,567                                    | 72,657                                    |
| ρ (gr.cm <sup>-3</sup> ) | Tidak ada                                 | 6,829                                     | 6,829                                     |
| <b>Faktor R:</b>         |   |   |   |
| Rwp                      | 0,0381                                    | 0,0595                                    | 0,0551                                    |
| Rp                       | 0,0230                                    | 0,0423                                    | 0,0375                                    |
| S (χ <sup>2</sup> )      | 1,258                                     | 1,289                                     | 1,308                                     |

Nilai parameter kisi, struktur kristal, *Criteria* (factor R) and *goodness of fit* (S) hasil refinement sampel  $Ni_{0,5-x}Nd_xFe_{2,5}O_4$  ( $x = 0,0; 0,2$  dan  $0,4$ ) ditunjukkan pada Tabel 2. Hasil *refinement* ini menghasilkan kualitas *fitting* sangat baik dengan faktor R yang sangat kecil. Faktor R merupakan *criteria of fit* dan faktor S ( $\chi^2$ ) adalah *goodness of fit* yang bernilai sangat kecil<sup>13</sup>



Gambar 3.

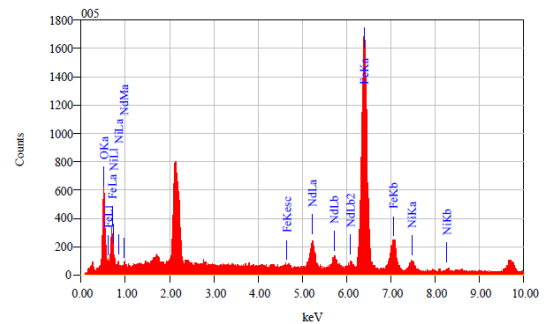
Foto SEM serbuk  $Ni_{(0,5-x)}Nd_xFe_{2,5}O_4$  ( $x = 0,0; 0,2$  dan  $0,4$ ) (pembesaran 20.000x)

Morfologi permukaan serbuk  $Ni_{(0,5-x)}Nd_xFe_{2,5}O_4$  ( $x = 0,0; 0,2$  dan  $0,4$ ) diamati dengan menggunakan SEM dengan perbesaran 20.000x ditunjukkan pada Gambar 3. Ukuran butiran serbuk  $Ni_{(0,5-x)}Nd_xFe_{2,5}O_4$  tampak bervariasi tetapi secara keseluruhan relatif berukuran kecil sekitar 100 nm hingga 200 nm dan memiliki bentuk bulat yang hampir seragam. Kandungan unsur yang terdapat pada serbuk  $Ni_{(0,5-x)}Nd_xFe_{2,5}O_4$  ( $x = 0,0; 0,2$  dan  $0,5$ ) hasil

sintesis dengan metode ko-presipitasi dilihat dengan menggunakan EDS ditunjukkan pada Gambar 4 dan Tabel 3. Pada Tabel 3 terlihat bahwa hanya atom Fe, Ni, Nd dan O yang ada dalam sampel. Kandungan atom Ni semakin berkurang dan kandungan atom Nd semakin bertambah seiring dengan bertambahnya nilai x. Data yang diperoleh dari EDS ini sama halnya dengan yang ditunjukkan oleh data XRD.

Tabel 3.  
Spektrum EDS serbuk  $Ni_{(0,5-x)}Nd_xFe_{2,5}O_4$  ( $x = 0,0; 0,2$  dan  $0,4$ )

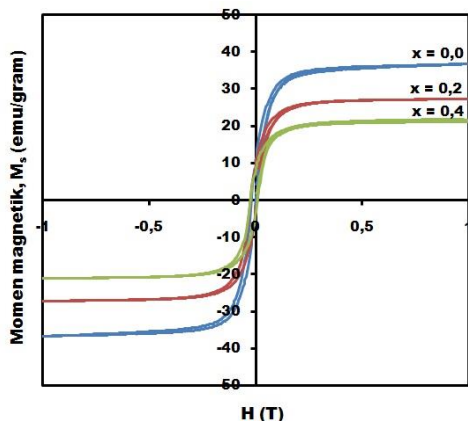
| Nilai x | Kandungan Unsur  |      |      |      |                 |      |     |      |
|---------|------------------|------|------|------|-----------------|------|-----|------|
|         | Persen massa (%) |      |      |      | Persen atom (%) |      |     |      |
|         | Fe               | Ni   | Nd   | O    | Fe              | Ni   | Nd  | O    |
| 0       | 74,6             | 15,1 | -    | 10,3 | 59,7            | 11,5 | -   | 28,8 |
| 0,2     | 70,5             | 11,1 | 5,7  | 12,7 | 55,2            | 8,2  | 1,7 | 34,8 |
| 0,4     | 69,7             | 3,28 | 17,7 | 9,5  | 51,7            | 2,7  | 6,1 | 39,4 |



Gambar 4.  
Spektrum EDS serbuk  $Ni_{(0,5-x)}Nd_xFe_{2,5}O_4$  ( $x = 0,0; 0,2$  dan  $0,4$ )

Sifat magnetik serbuk  $Ni_{1,5-x}Nd_xFe_{1,5}O_4$  hasil sintesis dengan metode ko-presipitasi dikarakterisasi menggunakan peralatan VSM. Hasil karakterisasi ini memberikan informasi besarnya nilai magnetisasi remanen ( $M_r$ ), magnetisasi saturasi ( $M_s$ ) dan medan koersivitas ( $H_c$ ), yang ditunjukkan pada Gambar 5. Hasil karakterisasi ini terlihat bahwa semua sampel menunjukkan perilaku sifat ferromagnetik dengan nilai koersivitas yang relatif kecil. Sesuai dengan analisis data XRD yang menunjukkan bahwa serbuk  $Ni_{1,5-x}Nd_xFe_{1,5}O_4$  memiliki nilai  $M_s$  sekitar 36,6 emu/g. Nilai ini jauh lebih kecil dari nilai  $M_s$   $Fe_3O_4$  dalam bentuk bulk (nilai  $M_s$  nya 93 emu/g<sup>12</sup>). Serbuk  $Ni_{1,5-x}Nd_xFe_{1,5}O_4$  dengan  $x = 0,0$  yang terdiri dari 2 fasa, yaitu fasa  $NiFe_2O_4$  dan  $Fe_2O_3$ , dengan munculnya fasa  $Fe_2O_3$  yang bersifat antiferomagnetik dapat memperkecil sifat magnet dari nikel

ferit<sup>6)</sup>, sehingga nilai  $M_s$  nya menjadi lebih kecil. Untuk lebih jelasnya, kurva histeresis diperbesar dan diperoleh nilai parameter magnetik masing-masing serbuk, ditunjukkan pada Tabel 4.



Gambar 5.  
Kurva M-H serbuk  $Ni_{(0,5-x)}Nd_xFe_{2,5}O_4$  ( $x = 0,0; 0,2$  dan  $0,4$ )

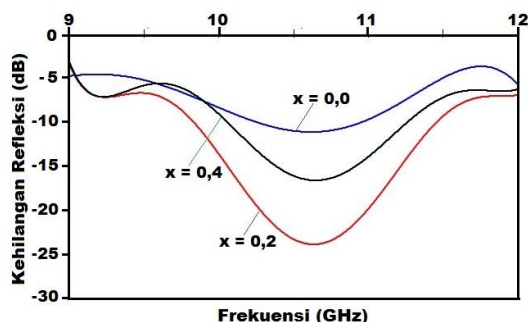
Tabel 4.  
Parameter magnetik serbuk  $Ni_{(0,5-x)}Nd_xFe_{2,5}O_4$  ( $x = 0,0; 0,2$  dan  $0,4$ )

| Nilai x | Sampel                        | Parameter Magnetik |               |            |
|---------|-------------------------------|--------------------|---------------|------------|
|         |                               | $M_s$ (emu/g)      | $M_r$ (emu/g) | $H_c$ (Oe) |
| 0.0     | $Ni_{0,5}Fe_{2,5}O_4$         | 36,6               | 10,81         | 140,5      |
| 0.2     | $Ni_{0,3}Nd_{0,2}Fe_{2,5}O_4$ | 27,2               | 9,22          | 177,0      |
| 0.4     | $Ni_{0,1}Nd_{0,4}Fe_{2,5}O_4$ | 21,8               | 7,90          | 191,5      |

Berdasarkan data pada Tabel 4, dapat dilihat bahwa semakin besar nilai  $x$  (kandungan ion  $Nd^{3+}$ ) maka nilai magnetisasi ( $M_s$ ) semakin kecil sedangkan nilai koersivitas cenderung semakin besar. Hal ini menunjukkan sifat magnet bahan semakin berkurang seiring dengan peningkatan kandungan ion  $Nd^{3+}$ , yang ditunjukkan dengan penurunan nilai  $M_s$  sedangkan nilai  $H_c$  semakin besar. Penurunan nilai  $M_s$  ini didasarkan pada posisi kation dan juga efek pertukaran ion disebabkan oleh ion  $Nd^{3+}$  menggantikan ion nikel dalam struktur *spinel inverse* yang merupakan kontributor utama sifat magnetiknya. Dalam keadaan ini, momen magnet pada serbuk  $Ni_{0,5-x}Nd_xFe_{2,5}O_4$  akan sulit termagnetisasi oleh medan magnet eksternal dan ketika didemagnetisasi maka koersivitasnya akan cenderung lebih besar<sup>14,15)</sup>.

Serapan gelombang mikro serbuk  $Ni_{(0,5-x)}Nd_xFe_{2,5}O_4$  ( $x = 0,0; 0,2$  dan  $0,4$ ) hasil sintesis dengan metode ko-presipitasi yang diukur dengan VNA pada rentang frekuensi

9,0-12 GHz dalam bentuk kurva kehilangan refleksi (*reflection loss*, RL) ditunjukkan pada Gambar 6. Kehilangan refleksi menunjukkan adanya mekanisme resonansi spin magnetik antara gelombang elektromagnetik dengan bahan sehingga terjadi serapan gelombang mikro<sup>16)</sup>. Pada Gambar 6 terlihat bahwa puncak RL terendah yang dihasilkan oleh serbuk  $Ni_{(0,5-x)}Nd_xFe_{2,5}O_4$  dengan puncak yang berbeda-beda untuk masing-masing nilai  $x$  (kandungan ion  $Nd^{3+}$ ). Hal ini menunjukkan bahwa serbuk  $Ni_{(0,5-x)}Nd_xFe_{2,5}O_4$  dapat menyerap gelombang mikro pada range panjang gelombang yang lebar. Serapan gelombang mikro oleh serbuk  $Ni_{(0,5-x)}Nd_xFe_{2,5}O_4$  untuk  $x = 0,0$  (serbuk  $Ni_{0,5}Fe_{2,5}O_4$ ) menunjukkan nilai sebesar -12,47 pada frekuensi 10,56 GHz. Hal ini menunjukkan bahwa serbuk  $Ni_{0,5}Fe_{2,5}O_4$  mampu menyerap gelombang mikro sekitar 80 % pada frekuensi 10,64 GHz. Substitusi kandungan ion  $Nd^{3+}$  dengan  $x = 0,2$  menunjukkan nilai RL turun menjadi -23,90 dB pada frekuensi 10,60 GHz, berarti bahwa serbuk  $Ni_{0,3}Nd_{0,2}Fe_{2,5}O_4$  mampu menyerap gelombang mikro sekitar 94% pada gelombang 10,60 GHz. Sedangkan peningkatan substitusi kandungan ion  $Nd^{3+}$  dengan  $x = 0,4$  menunjukkan nilai RL meningkat menjadi -19,04 dB pada frekuensi 10,66 GHz, berarti bahwa serbuk  $Ni_{0,1}Nd_{0,4}Fe_{2,5}O_4$  mampu menyerap gelombang mikro sekitar 91% pada gelombang 10,66 GHz. Peningkatan nilai RL dikaitkan dengan nilai koersivitas ( $H_c$ ) serbuk  $Ni_{(0,5-x)}Nd_xFe_{2,5}O_4$  (sesuai dengan hasil pengukuran dengan VSM) bahwa substitusi ion  $Nd^{3+}$  meningkatkan nilai  $H_c$  dan serapan gelombang mikro.



Gambar 6.  
Kurva kehilangan refleksi serbuk  $Ni_{(0,5-x)}Nd_xFe_{2,5}O_4$  ( $x = 0,0; 0,2$  dan  $0,4$ )

Hubungan antara *reflection loss* (RL) dengan frekuensi dari serbuk  $Ni_{(0,5-x)}Nd_xFe_{2,5}O_4$  dapat dilihat pada Gambar 6, bahwa pengamatan serapan gelombang mikro dilakukan pada frekuensi 8-12 GHz.

Dari gambar tersebut terlihat bahwa sifat serapan gelombang mikro oleh serbuk  $Ni_{(0,5-x)}Nd_xFe_{2,5}O_4$  meningkat seiring dengan bertambahnya jumlah ion  $Nd^{3+}$  yang disubstitusikan sampai  $x = 0,2$ . Namun untuk ion  $Nd^{3+}$  yang disubstitusikan dengan  $x = 0,4$  mengalami penurunan sifat serapan gelombang mikro. Hal ini disebabkan bahwa substitusi ion  $Nd^{3+}$  untuk  $x = 0,4$  sesuai dengan hasil analisis pola XRD menunjukkan  $Nd$  yang masuk kedalam senyawa nikel ferit sangat sedikit, sedangkan  $Fe_2O_3$  dan  $NdFeO_3$  yang terbentuk semakin banyak. Ini mengakibatkan sifat serapan gelombang mikro oleh serbuk  $Ni_{0,1}Nd_{0,4}Fe_{2,5}O_4$  menjadi berkurang.

## SIMPULAN

Telah berhasil dilakukan sintesis bahan absorber  $Ni_{(0,5-x)}Nd_xFe_{2,5}O_4$  (dengan  $x = 0,0$ ;  $0,2$  dan  $0,4$ ) menggunakan metode kopresipitasi, yang menghasilkan senyawa dalam bentuk komposit dengan munculnya fasa  $NiFe_2O_4$ ,  $Fe_2O_3$  dan  $NdFeO_3$ . Bahan absorber  $Ni_{(0,5-x)}Nd_xFe_{2,5}O_4$  berperilaku feromagnetik dengan nilai  $M_s$  semakin rendah sedangkan nilai  $H_c$  semakin meningkat seiring dengan meningkatnya kandungan ion  $Nd^{3+}$ . Substitusi ion  $Nd^{3+}$  dapat meningkatkan serapan gelombang mikro dengan serapan maksimum ditunjukkan pada substitusi ion  $Nd^{3+}$  sebesar  $x = 0,2$  yang memiliki nilai *reflection loss* (RL) sebesar  $-23,90$  dB (mampu menyerap gelombang mikro hingga 94%) pada frekuensi 10,60 GHz.

## UCAPAN TERIMA KASIH

Ucapan terima kasih diucapkan kepada Kepala Pusat Sains dan Teknologi Bahan Maju (PSTBM) – BATAN, penanggung jawab (PJ) kegiatan Litbang Bahan Smart Magnetik yang telah memberi kepercayaan dan kesempatan pada kami untuk melaksanakan penelitian ini, yang didanai dari DIPA tahun 2015 – 2019. Serta semua pihak yang telah membantu dalam pelaksanaan penelitian ini.

## DAFTAR PUSTAKA

1. Farid M. T., et.al., “*Structural, Electrical and Dielectric Behavior of  $NixCo_{1-x}Nd_yFe_{2-y}O_4$  Nano-Ferrites Synthesized by Sol-Gel Method*”, Journal of Nanomaterials and Biostructures, Vol.

- 10 No. 1, January - March 2015, p. 265 – 275.
2. Moradmard H., Shayesteh S. F., “*The Variation of Magnetic Properties of Nickel Ferrite by Annealing*”, Manufacturing Science and Technology, Vol. 3 No. 4, 2015, p. 141-145.
3. An Y. J., Nishida K., Yamamoto T., Ueda S. and T. Deguchi, “*Characteristic Evaluation of Microwave Absorber Using Dielectric and Magnetic Composite Materials*”, Journal of Ceramics Processing Research, Vol. 9 No. 4, 2008, p. 430-436.
4. Shinde T. J., Gadkarib A. B., dan Vasambekar P. N., “*Influence of  $Nd^{3+}$  Substitution on Structural, Electrical and Magnetic Properties of Nanocrystalline Nickel Ferrites*”, Journal of Alloys and Compounds, 513, 2012, p. 80– 85.
5. Sarkar K., Mukherjee S., Mukherjee S., “*Structural, Electrical and Magnetic Behaviour of Undoped and Nickel Doped Nanocrystalline Bismuth Ferrite by Solution Combustion Route*”, Processing and Application of Ceramics, Vol. 9 No. 1, 2015, p. 53–60.
6. Mahalakshmi S. and Manja K. S., “*Spectroscopic and Structural Studies of Nickel Ferrite Doped with Rare Earth Ions*”, International Journal of ChemTech Research, Vol.7 No. 3, 2014-2015, p. 1460-1464
7. Rafeekali K., Maheen M., Mohammed E. M., “*Influence of Rare Earth ( $Tb^{3+}$ ) on Electrical and Magnetic Studies of Nickel ferrite Nanoparticles*”, IOSR Journal of Applied Physics (IOSR-JAP), Vol. 7 No, 3, May. - Jun. 2015, p. 21-25.
8. Ade Mulyawan, “*Pengaruh Waktu Milling Terhadap Mikrostruktur dan Sifat Magnetik Serbuk  $NiFe_2O_4-NdFeO_3$* ”, Majalah Metalurgi, Vol. 32 No. 3, Desember 2017, hal. 105-114.
9. Yunasfi, Mashadi dan Ade Mulyawan, “*Sintesis Bahan Absorber Gelombang Mikro Serbuk  $Ni_{(1,5-x)}La_xFe_{1,5}O_4$  dengan Metode Sol-Gel*”, Jurnal Sains Materi Indonesia, Vol. 19, No. 1, Oktober 2017, hal. 19-24.
10. Maspin Apit, “*Sifat Absorpsi Gelombang Elektromagnet  $Ni_{(0,5-x)}Nd_xFe_{2,5}O_4$  Hasil Sintesis dengan Metode Co-precipitation*”, Skripsi Sarjana Kimia, FMIPA – UNAND, Padang, 2016 .
11. Muflihatun, Siti Shofiah dan Edi Suharyadi, “*Sintesis Nanopartikel Nickel Ferrite ( $NiFe_2O_4$ ) dengan Metode Kopresipitasi dan Karakterisasi Sifat Kemagnetannya*”, Jurnal Fisika

- Indonesia No: 55, Vol XIX, hal. 20-25, November 2015.
12. Yousefi M. and Alimard P., "Synthesis of *M-Nd Doped Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> Nanoparticles (M = Co, Ce, Cr, Ni) with Tunable Magnetic Properties*", Bull. Chem. Soc. Ethiop., 27, 2013, p. 49-56.
  13. Toby B. H., "EXPGUI, a Graphical User Interface for GSAS", J. Appl. Cryst. 34, 2001, 210-213.
  14. Sonia M. M. L., Blessi S., Pauline S., "Role of Lanthanum Substitution on the Structural and Magnetic Properties of Nanocrystalline Nickel Ferrites", International Journal of Advance Research in Science and Engineering, IJARSE, Vol. 3 No. 7, July 2014, p. 360-367.
  15. Jacob B. P., et.al., "Influence of Preparation Method on Structural and Magnetic Properties of Nickel Ferrite Nanoparticles", Bull. Mater. Sci., Vol. 34, No. 7 (2011), pp. 1345-1350.
  16. Tripathi K. C., et.al., "Microwave Absorption Properties of Ni-Zn Ferrite Nano-Particle Based Nano Composite", International Journal of Advanced Research in Science, Engineering and Technology, Vol. 2, Issue 2, February 2015, p. 463-468.