PENGARUH TEMPERATUR KALSINASI DAN SUBSITUSI LOGAM NIKEL PADA PEMBENTUKAN FASA BARIUM M-HEXAFERRITTE (BaFe_{12-x}Ni_xO₁₉) MENGGUNAKAN FTIR (Fourier Transform Infra Red Spectroscopy)

Susilawati, Munib, Aris Doyan

Program Studi Magister Pendidikan IPA Program Pascasarjana Universitas Mataram Email: *susilawati.hambali@yahoo.co.id, munib135@rocketmail.com, arisdoyan@yahoo.co.id,*

Abstrak: Sintesis Barium M-Hexaferrite (BaFe_{12-x}Ni_xO₁₉) doping logam nikel telah dilakukan dengan metode korpresipitasi dan efeknya terhadap perubahan temperatur dan subsitusi dopan. Bahan dasar yang digunakan dalam sintesis BaCO₃, FeCl₃.6H₂O dan logam nikel. Dalam penelitian ini digunakan variasi temperatur kalsinasi 80, 400, 600 dan 800°C selama 4 jam dengan variasi dopan 0; 0,4; 0,7 dan 0,9. Hasil sintesis dikarakterisasi dengan FTIR (*Fourier Transform Infra Red Spectroscopy*) merek Shimidzu tipe 8400 s. Hasil pembentuka fasa dari barium M-hexaferrite (BaFe_{12-x}Ni_xO₁₉) diketahui melalui data FTIR seiring dengan meningkatkan temperatur kalsinasi yang digunakan diperoleh puncak yang muncul pada rentang bilangan gelombang 800 - 1650 cm⁻¹ semakin sedikit, sehingga pembentukan fasa barium M-*hexaferrite* yang signifikan terbentuk pada temperatur kalsinasi 800 °C dan pada variasi dopan 0,7.

Kata kunci: Temperatur, dopan, barium M-hexaferrite, kopresipitasi

Abstract: Synthesis of Barium M-Hexaferrite (BaFe_{12-x}Ni_xO₁₉) nickel metal doping have been done with coprecipitation method and its effect on temperature changes and substitution dopants. Basic materials used in the synthesis of BaCO₃, FeCl₃.6H₂O and nickel metal. This study used a variation of calcination temperature of 80, 400, 600 and 800°C for 4 hours with a variety of dopants 0; 0.4; 0.7 and 0.9. Synthesized characterized by FTIR (*Fourier Transform Infra Red Spectroscopy*) Shimidzu brand type 8400 s. Results of the phase formation of barium M-hexaferrite (BaFe_{12-x}Ni_xO₁₉) known through the data FTIR along with increasing the calcination temperatures used were obtained peak appearing in the range of wavenumber 800 to 1650 cm⁻¹ is getting a little bit, so the formation of M-phase barium hexaferrite significant formed at calcination temperature of 800 ° C and at variations of dopant 0.

Key words: temperature, dopant, barium M-hexaferrite, co-precipitation

1. PENDAHULUAN

Teknologi penyerapan gelombang elektromagnetik merupakan salah satu teknologi yang sedang pesat dikembangkan untuk mengontrol masalah yang ditimbulkan oleh *elektromagnetic interference* (EMI) yang telah melahirkan sebuah material baru yaitu *Radar Absorbing Material* (RAM), yang salah satu aplikasi pada bidang militer [1]. Material ini bersifat meredam pantulan gelombang mikro sehingga benda yang dilapisi dengan RAM tidak terdeteksi oleh *Radio Dtection and Ranging* (RADAR). RAM telah dibuat dalam berbagai bentuk dalam ukuran nanomaterial [2].

Bahan magnetik barium M-hexsaferrit (BaM) memiliki kristal anisotropi yang besar dan lokasi resonansi yang dapat dimodifikasi pada rentang frekuensi yang luas melalui substitusi logam dalam hexaferrit. Selain itu, hexaferrit adalah bahan yang lunak dengan permeabilitas yang relatif besar dan mempunyai polarisasi magnet saturasi tinggi (78 emu/g), yang terdiri dari kristal uniaxial anisotropi yang kuat, temperatur Curie tinggi (450°C) dan medan koersivitas yang besar [3]. Oleh karena memiliki medan koersivitas yang sangat besar menyebabkan sifat anisotropik material semakin meningkat sehingga sifat absorbsinya menjadi semakin lemah. Untuk mereduksi sifat anisotropik tersebut maka diperlukan pendopingan [4]. Penelitian ini mengkonsentrasikan pembentukan $BaFe_{12}O_{19}$ yang didoping logam Ni dengan variasi doping dan temperatur kalsinasi sehingga menghasilkan $BaFe_{12-x}Ni_xO_{19}$ yang dapat menghasilkan material magnet yang dapat bersifat sebagai penyerap gelombang mikro. Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui karakteristik pemberian dopan logam Ni dan temperatur kalsianasi pada barium M-hexaferrit $BaFe_{12-x}Ni_xO_{19}$ terhadap pembentukan fasa.

Barium Hexaferrit sering ditulis dengan notasi BaM dan memiliki stoikiometri dengan struktur hexagonal yang mantap yang merupakan feromagnetik oksida dengan sifat dielektrik dan magnetik yang banyak digunakan pada aplikasi RF (Radio Frequency) dan microwave. Divalen logam transisi seperti Ni,Co, Mn, Cr, Ti dan lain klas divalent dan tetravalent sering digunakan karena memilki persamaan jari-jari ionik dan konfigurasi elektron. Sifat kelistrikan dan kemagnetan dari substitusi BaM sangat bergantung pada kondisi sintesisnva karena disebabkan oleh ketidaksebandingan distribusi muatan pada proses substitusi multivalen kationnya [5].

Berdasarkan rumus kimia dan struktur kristalnya, barium hexaferrit (BaM) dikelompokkan menjadi 6 tipe yaitu M (BaFe₁₂O₁₉), Y (BaMe₂Fe₁₂O₂₂), W (BaMe₂Fe₁₆O₂₇), Z (Ba₃Me₂Fe₂₄O₄₁), X (Ba₂Me₂Fe₂₈O₄₆) dan U (Ba₄Me₂Fe₃₆O₆₀). 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 [6].

Adanya rumus kimia dan struktur kristal yang berbeda dari masing-masing tipe barium hexaferrit tentunya akan menghasilkan pola difraksi yang berbeda. 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 [7]. Struktur kristal ini adalah heksagonal dengan parameter kisi a = b = 5,892 Å, c = 23,183 Å, $\alpha = \beta =$ 90°, $\gamma = 120°$ dengan kode database 1008841 mengacu pada data *crystallographic information file* (CIF) BaFe₁₂O₁₉.

Nikel adalah komponen yang banyak ditemukan dalam meteorit dan menjadi ciri komponen yang membedakan meteorit dari mineral lainnya. Meteorit besi atau siderit, dapat mengandung alloy besi dan nikel berkadar 5-25%. Nikel diperoleh secara komersial dari pentlandit dan pirotit di kawasan Sudbury Ontario, sebuah daerah yang menghasilkan 30% kebutuhan nikel dunia.

Nikel merupakan unsur logam dengan fasa padat, memiliki massa jenis sekitar 8,908 g/cm³ serta massa jenis cair saat melewati titik didihnya 7,81 g/cm³. Titik lebur dari Nikel adalah 1455 °C, sedangkan titik didihnya adalah 2913 °C. Kalor peleburan Nikel adalah 14,48 kJ/mol, sedangkan kalor penguapan Nikel adalah 377,5 kJ/mol, dan kapasitas kalor saat suhu ruang adalah 26,07 J/(molK).

2. METODE PENELITIAN

Pada penelitian ini metode yang digunakan adalah metode eksperimen murni dan sintesis barium M-hexaferrite dengan doping logam Ni menggunakan metode kopresipitasi yaitu salah satu metode sintesis senyawa anorganik yang didasarkan pada pengendapan lebih dari satu substansi secara bersama-sama ketika melewati titik jenuh. Bahan dasar yang digunakan adalah barium karbonat (BaCO₃), dan FeCl₃ dalam bentuk serbuk dengan kemurnian 99,99%, nikel dalam bentuk cairan dengan 20000 ppm, larutan HCl, NH4OH dan aquades. Pada pembentukan barium ferrit subsitusi BaFe_{12-x}Ni_xO₁₉, menggunakan variasi x = 0; 0,4; 0,7; dan 0,9 pada suhu sintering 80°C, 400°C, 600°C dan 800°C.

Pertama bahan dasar BaCO₃ dilarutkan dengan HCl yang di aduk dengan magnet *stirrer* diatas *hot plate* dengan suhu 80 °C dan FeCl₃.6H₂O dilarutkan dengan aquades yang diaduk dengan magnet *stirrer* diatas *hot plate* dengan suhu ruang.

Kemudian larutan BaCO₃ tersebut dicampurkan dengan FeCl₃ sehingga berwarna hitam kecoklatan serta ditambah bahan doping nikel. Selanjutnya campuran ditambahkan dengan NH₄OH sehingga memperoleh endapan yang homoginitas berwarna coklat cerah. Selanjutnya sampel dibiarkan mengendap dan disaring dengan kertas saring kemudian dicuci dengan aquades sehingga netral [8].

3. HASIL DAN PEMBAHASAN

Perubahan temperatur kalsinasi dan konsentrasi variabel dopan menunjukkan adanya kecenderungan perubahan warna serbuk hasil sintesis seiring dengan meningkatnya temperatur dan dopan seperti pada gambar 1 dan 2.



Gambar 1. Pengaruh variasi dopan terhadap perubahan warna serbuk $BaFe_{12-x}Ni_xO_{19}$ pada temperatur sama (a) 0 (b) 0,4 (c) 0,7 (d) 0,9

Berdasarkan gambar 2 diperoleh bahwa pada temperatur kalsinasi yang sama dengan meningkatkan konsentrasi dopan maka adanya perubahan warna serbuk menjadi coklat kehitaman. Temperatur di atas 800°C mengalami kecenderungan berwarna coklat kehitaman yang mengindikasikan semua kandungan unsur H₂O maupun HCl 100% sudah habis. Ini menandakan bahwa pada proses pemanasan bahan dasar BaCO₃ yang dilarutkan dengan HCl mengalami proses sempurna [4].



Gambar 2. Pengaruh temperatur kalsinasi terhadap perubahan warna serbuk $BaFe_{12-x}Ni_xO_{19}$ pada konsentrasi dopan yang sama (a) $80^{\circ}C$ (b) $400^{\circ}C$ (d) $600^{\circ}C$ (d) $800^{\circ}C$

Menurut gambar 2 diperoleh dengan konsentrasi dopan yang sama dan temperatur kalsinasi meningkat dihasilkan warna serbuk yang diperoleh semakin coklat kehitaman. Untuk mengetahui terjadinya proses pendopingan dapan logam Ni terhadap struktur ikatan kristal digunakan analisis Fourier *Transform Infra Red Spectroscopy* (FTIR). Hasil analisis menggunakan FTIR pada BaFe_{12-x}Ni_xO₁₉ seperti pada gambar di bawah ini. Berdasarkan Gambar 3 diperoleh bahwa pada konsentrasi dopan yang sama mempunyai serapan-serapan yang karakteristik dari barium M-hexaferrite disetiap kenaikan temperatur kalsinasi yang berada pada rentang bilangan gelombang antara 450 cm⁻¹ sampai 4000 cm⁻¹ di interprestasikan seperti tertera pada Tabel 1.



Gambar 3. Pola Penyerapan terhadap perubahan temperatur (a) x = 0; (b) x = 0,4; (c) x = 0,7 dan (d) x = 0,9

Sampel	Т	Bilangan Gelombang (cm ⁻¹)							
x = 0	80°C	663,74	-	-	1401,04	1630,71	2346,62	3400,38	
	400°C	470,86	-	-	-	1632,73	2346,35	3435,00	
	600°C	538,81	-	-	-	1633,86	2347,31	3435,49	
	800°C	579,35	-	-	-	1650,92	2353,00	3447,20	
x = 0,4	80°C	679,71	1119,44	1191,52	1401,50	1627,83	2346,38	3368,97	
	400°C	551,89	1118,70	1187,79	-	1632,99	2346,29	3435,78	
	600°C	543,80	1118,55	1187,26	-	1650,98	2353,60	3421,19	
	800°C	544,57	1120,26	1186,96	-	-	2376,14	-	
x = 0,7	80°C	683,78	1116,86	1191,83	1402,69	1627,32	2346,51	3367,97	
	400°C	529,50	1115,63	1184,14	-	1630,68	-	3435,43	
	600°C	543,07	1117,34	1185,24	-	-	2345,73	3436,22	
	800°C	551,33	1119,22	1185,97	-	-	2362,22	-	
x = 0,9	80°C	503,23	1114,64	1196,01	-	1630,68	2346,30	3412,10	
	400°C	542,73	1113,38	1190,53	-	1630,38	2345,97	3435,42	
	600°C	555,43	-	-	-	1650,96	2310,32	3447,62	
	800°C	543,47	1119,51	1186,92	-	1650,99	2372,57	-	

Tabel 1. Pengaruh Perubahan Temperatur Kalsinasi

Tabel 1 di atas diperoleh bahwa hasil sintesis barium M-hexaferrite pada bilangan gelombang dibawah 600 cm⁻¹, dengan meningkatnya temperatur kalsinasi maka puncak yang terjadi cenderung bergeser ke kiri. Hal ini menunjukkan bahwa pada bilangan gelombang tersebut merupakan logam FeO pada fasa barium M-hexaferite maupun hematite. Dari data tabel diatas bahwa pada variasi dopan x = 0,7 mengalami pergeseran puncak yang signifikan dengan semakin meningkatnya temperatur kalsinasi bila dibandingkan dengan konsentrasi yang lainnya. Pada bilangan gelombang 1000 cm⁻¹ – 1500 cm⁻¹ pada konsentrasi yang sama akan mengalami puncak yang semakin banyak seiring dengan meningkatnya temperatur kalsinasi yang merupakan puncak penyerapan bahan dasar yang diindikasikan adanya perubahan ikatan. Sedangkan pada bilangan gelombang 3400 cm⁻¹ merupakan penyerapan – OH dimana semakin tinggi temperatur kalsinasi maka penyerapannya semakin melemah. Hal ini disebabkan karena H₂O semakin berkurang seiring dengan semakin meningkatnya temperatur kalsinasi.



Gambar 4. Pola Penyerapan terhadap variasi dopan (a) T = 80° C (b) T= 400° C; (c) T = 600° Cdan (d) T = 800° C Tabel 2. Pengaruh Perubahan Konsentrasi Logam Dopan

Т	Х	Bilangan Gelombang (cm ⁻¹)							
80°C	0	500,68	-	-	1401,04	1630,71	2346,62	3400,38	
	0,4	503,23	1114,64	1196,01	-	1630,68	2346,30	3412,10	
	0,7	679,71	1119,44	1191,52	1401,50	1627,83	2346,38	3368,97	
	0,9	683,78	1116,86	1191,83	1402,69	1627,32	2346,51	3367,97	
400°C	0	539,01	-	-	-	1632,73	2346,35	3435,00	
	0,4	551,89	1118,70	1187,79	-	1632,99	2346,29	3435,78	
	0,7	547,50	1115,63	1184,14	-	1630,68	-	3435,43	
	0,9	542,73	1113,38	1190,53	-	1630,38	2345,97	3435,42	
600°C	0	579,35	-	-	-	1650,92	2353,00	3447,20	
	0,4	543,80	1118,55	1187,26	1400,23	1650,98	2353,60	3421,19	
	0,7	543,07	1117,34	1185,24	-	-	2345,73	3436,22	
	0,9	555,43	-	-	-	1650,96	2310,32	3447,62	
800°C	0	538,81	-	-	-	1633,86	2347,31	3435,49	
	0,4	543,47	1119,51	1186,92	-	1650,99	2345,46	-	
	0,7	544,57	1120,26	1186,96	-	-	2376,14	-	
	0,9	551,33	1119,22	1185,97	-	-	2362,22	-	

Dari Tabel 2 diatas diperoleh bahwa pada bilangan gelombang dibawah 600 cm⁻¹, dengan meningkatnya temperatur kalsinasi maka puncak vang terjadi cenderung bergeser ke kiri. Hal ini menunjukkan bahwa pada bilangan gelombang tersebut merupakan logam FeO pada fasa barium Mhexaferite maupun hematite. Dari data tabel diatas bahwa pada temperatur kalsinasi T = 800°C mengalami pergeseran puncak yang signifikan dengan semakin meningkatnya konsentrasi dopan bila dibandingkan dengan temperatur kalsinasi yang lainnya. Pada bilangan gelombang 1000 cm⁻¹ – 1500 cm⁻¹ pada temperatur kalsinasi yang sama akan mengalami puncak yang semakin banyak seiring dengan meningkatnya konsentrasi dopan yang merupakan puncak penyerapan bahan dasar. Sedangkan pada bilangan gelombang 3400 cm⁻¹ merupakan penyerapan – OH dimana semakin tinggi konsentrasi dopan maka penyerapannya semakin melemah.

Menurut [9] karakteristik dari getaran lebih rendah dari 600 cm⁻¹ yang merupakan ikatan antara atom oksigen dan ion logam (M-O) dan puncaknya akan semakin banyak berada pada rentang 800 -1500 cm⁻¹ menunjukkan puncak penyerapan dari bahan dasar BaCO₃ serta penyerapan pada rentang 2151,35 – 2923,88 cm⁻¹ merupakan penyerapan OH. Hal ini juga diungkapkan oleh [10] menyatakan bahwa penyerapan OH berada pada rentang 3640 cm-1 dan pada rentang 600 – 1650 cm⁻¹ menunjukkan puncak akan semakin banyak yag menunjukkan penyerapan bahan dasar. Hal senada iuga diungkapkan oleh [3] bahwa karakteristik getaran pada 450 cm⁻¹ dan 570 cm⁻¹ adalah karakteristik pada ikatan Fe-O yang merupakan karakteristik dari Ba ferrit.

Secara umum terdapat karakteristik penyerapan getaran ada 3 bagian antara lain bilangan gelombang <800 cm⁻¹, bilangan gelombang 800 -1650 cm⁻¹ dan bilangan gelombang 4200 - 3500 cm⁻¹ ¹. Dengan meningkatnya temperatur kalsinasi menyebabkan puncak pada bilangan gelombang 3400 - 3500 cm⁻¹ merupakan ikatan FeO-OH yang jumlah distribusinya sangat kecil sehingga ikatan -OH akan hilang dengan semakin meningkatnya temperatur kalsinasi. Sedangkan pada bilangan gelombang 800 -1650 cm⁻¹ semakin banyak puncak serapan seiring dengan meningkatnya temperatur kalsinasi sehingga mulai terbentuk fasa tunggal. Menurut [11] bahwa pembentukan fasa tunggal pada barium M-hexaferrite cenderung terbentuk pada temperatur tinggi $(T>600^{\circ}C)$ dengan konsentrasi ion dopan x = 0,6.

4. KESIMPULAN

Berdasarkan data dan analisis data bahwa sintesis dari barium M-hexaferrite dengan metode korpresipitasi menunjukkan bahwa adanya efek terhadap perubahan temperatur dan subsitusi dopan pada pembentuka fasa dari barium M-hexaferrite (BaFe_{12-x}Ni_xO₁₉) seiring dengan meningkatkan temperatur kalsinasi yag digunakan diperoleh puncak yang muncul pada rentang bilangan gelombang 800-1650 cm⁻¹ semakin sedikit dan akan terbentuk fasa tunggal pada temperatur kalsinasi 800°C dan variasi dopan x = 0,7.

UCAPAN TERIMA KASIH

Kepada semua pihak yang telah membantu sehingga terwujudnya artikel ini da penelitian ini telah di danai oleh hibah Penelitian Unggulan Perguruan Tinggi (PUPT) Kementrian Ristek dan Perguruan Tinggi atas bantuan Dana Penelitian Unggulan Perguruan Tinggi Anggaran Tahun 2015.

DAFTAR PUSTAKA

- Syamsir, A. dan Astuti, 2012. Sintesis Nanokomposit PAni/TiO2/Karbon sebagai Penyerap Gelombang Mikro, Jurnal Fisika Unand Vol. 1 No.1 ISSN 2302-8491.
- [2] Linda, E. dan Astuti, 2012 Sintesis Nanokomposit PAni/TiO2/Karbon sebagai Penyerap Gelombang Mikro, Jurnal Fisika Unand Vol. 1 No.1 ISSN 2302-8491.
- [3] Ting T.H dan Wu K.H. 2010. Synthesis, Characterization of Polyaneline BaFe₁₂O₁₉ Composites with Microwave Absorbing Proferties, Journal Of Magnetism and Magnetic materials, Vol. 322, hal 2160 – 2166, (2010).
- [4] Pangga, D. 2011. Pengaruh Subsitusi Ion Dopan Co/Zn Terhadap Struktur Kristal Barium M-Hxaferrit BaFe₁₂O₁₉. Tesis Jurusan Fisika. Surabaya: ITS.
- [5] Priyono, dan Prasongko, W.G. 2013. Pembuatan Material Magnetik Komposit BaFe₉Mn_{0,75}Co_{0,75}Ti_{1,5}O₁₉ / Elastomer untuk Aplikasi Penyerap Gelombang Elektromagnetik. Jurnal sains dan matematika Vol. 21, (2013).
- [6] 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.
- [7] Rosler S., Wartewig, P., dan Langbein, H., (2003), Synthesis and Characterization of Hexagonal Ferrites $BaFe_{12-2x}Zn_xTi_xO_{19}$ ($0 \le x \le 2$) by Thermal Decomposition of Freezedried Precursors, Cryst. Res. Technol, Vol. 38, No. 11, hal 927-934.
- [8] Susilawati dan Doyan A. 2013. Sintesis dan Studi Pendahuluan Struktur Bahan M-Hexaferrites untuk Aplikasi Anti Radar. Proseding Seminar Nasional Penelitian, Pembelajaran Sain dan Implementasi Kurikulum 2013. Program Studi Magister Pendidikan IPA Program Pascasarjana, Universitas Mataram

- [9] Chauhan C.C, Jotania R.B dan Jonatia K.R. 2013. Structural Properties of Cobalt Substituted Barium Hexaferrite Nanoparticles Prepared By A Thermal Treatment Methode, Journal Nanosystems Physics, Chemistry, Mathematics, Vol. 4, hal 363 – 369, (2013).
- [10] Temuujin, J. Aoyama, M. Senna, T. Masuko, C. and, H. Kishi, 2004. Synthesis of Y-type Hexaferrites Via a Soft Mechanochemical Route, Journal of Solid Chemistry 177 (2004) 3903-3908.
- [11] Yuliana, D. 2011. Sintesis dan Karakteristik Struktur Barium M-Hexaferrite yang didoping Zn (BFZO) Dengan Variasi Temperatut Pemanasan dan Konsentrasi Ion Dopan. Prosiding Seminar Nasional, Pendidikan, dan Penerapan MIPA. Surabaya, 14 Mei, Fisika ITS.

.