

Sintesa Material Nanopartikel $\text{BaFe}_{12}\text{O}_{19}$ Fasa Tunggal dengan Metode Sol-Gel

Synthesis of Single Phase $\text{BaFe}_{12}\text{O}_{19}$ Nanoparticle by Sol-Gel Method

Dwita Suastiyanti^{1*}, Bambang Soegijono², Azwar Manaf³

¹Institut Teknologi Indonesia, Raya Puspiptek Serpong, Tangerang Selatan 15417, Indonesia

^{2,3}Departemen Fisika, FMIPA Universitas Indonesia, Kampus UI-Depok 16424, Indonesia

(Diterima: 22 Maret 2014; Disetujui: 24 April 2014)

ABSTRAK

Barium hexaferrite $\text{BaFe}_{12}\text{O}_{19}$ (BHF) merupakan magnet permanen yang sangat penting khususnya untuk magnetic recording pada peralatan microwave. Di samping itu dapat digunakan juga sebagai salah satu material dasar penyusun material multiferroic yaitu material yang menunjukkan sifat feroelektrik, feromagnetik dan feroelastisitas secara simultan dalam sebuah material. Material multiferroic ini banyak digunakan untuk aplikasi sensor-sensor fisika. Untuk dapat digunakan sebagai salah satu material penyusun material multiferroic, BHF harus dalam bentuk nanopartikel dan fasa tunggal. Hal ini disebabkan karena ukuran nano pada partikel dapat menimbulkan adanya efek kopling magnetoelektrik yang menyebabkan sebuah material mempunyai sifat multiferroic. Serbuk BHF pada penelitian ini disintesa dengan metode sol gel auto combustion. Rasio mol $\text{Ba}^{2+}/\text{Fe}^{3+}$ dibuat bervariasi 1:12; 1:11,5 dan 1:11. Proses sinter dilakukan pada temperatur 850°C selama 10 jam. Untuk mengetahui jenis fasa yang terbentuk dilakukan uji X-Ray-Diffraction (XRD) dengan alat uji XRD tipe Phillips PW 1835 dengan sudut difraksi 20° - 100° dan menggunakan radiasi $\text{CuK}\alpha$. Data XRD memperlihatkan bahwa BHF dengan rasio mol $\text{Ba}^{2+}/\text{Fe}^{3+} = 1:11,5$ merupakan sampel yang terbaik karena merupakan fasa tunggal. Proses refinement dengan menggunakan piranti lunak HighScore Plus terhadap pola difraksi BHF dengan rasio mol tersebut menunjukkan bahwa sampel hanya terdiri dari 100% fasa BHF. Pengukuran besar partikel dilakukan dengan menggunakan Particle Size Analyzer (PSA) menggunakan alat uji PSA tipe Beckman Coulter. Pengukuran dengan PSA menunjukkan bahwa sampel dengan rasio mol $\text{Ba}^{2+}/\text{Fe}^{3+} = 1:11,5$ mempunyai ukuran partikel nano, 66 nm (<100 nm). Hasil dari Penelitian ini menunjukkan bahwa metode sol-gel dengan rasio mol $\text{Ba}^{2+}/\text{Fe}^{3+} = 1:11,5$ dan temperatur sinter 850°C selama 10 jam dapat digunakan untuk sintesa material BHF nanopartikel fasa tunggal.

Kata kunci : barium hexaferrite, nanopartikel, sol- gel, multiferroic

ABSTRACT

Barium hexaferrite $\text{BaFe}_{12}\text{O}_{19}$ (BHF) is a great importance as permanent magnets, particularly for magnetic recording as well as in microwave devices. Barium hexaferrite also could be used as one of the basic constituent compound of multiferroic material. Multiferroic is a class of materials that yield simultaneous effects of ferroelectric, ferromagnetism and ferroelasticity in the same material. So BHF must be as nanoparticle and single phase to increase magnetoelectric coupling effect showing improvement multiferroic properties in material. Barium hexaferrite powders were prepared by sol gel auto combustion method. Hence the mole ratios of $\text{Ba}^{2+}/\text{Fe}^{3+}$ were varied at 1:12; 1:11.5 and 1:11 and sintering at 850°C for 10 hours for each mole ratios. To confirm the formation of single phase, it was used X-Ray Diffraction (XRD) Phillips, PW 1835 type in the 20° - 100° diffraction angle using $\text{CuK}\alpha$ radiation. XRD results showed that sample with mole ratios of $\text{Ba}^{2+}/\text{Fe}^{3+} = 1:11,5$ was best sample due to having single phase, 100% BHF phase be evidenced by HighScore Plus Refinement. Using Particle Size Analyzer (PSA) from Beckman Coulter type showed that sample with mole ratios of $\text{Ba}^{2+}/\text{Fe}^{3+} = 1:11,5$ was powder in nano size, 66 nm (<100 nm). This research confirms that sol-gel method using mole ratio of $\text{Ba}^{2+}/\text{Fe}^{3+} = 1:11,5$ and sinter temperature at 850°C for 10 hours could be used for synthesize single phase BHF in nanoparticle.

Key words : barium hexaferrite, nanoparticle, sol-gel, multiferroic

*Penulis Korespondensi. Telp: +62 21 7561091; fax: +62 21 7560542

Alamat e-mail: dwita_suastiyanti@yahoo.com

1. Pendahuluan

Barium hexaferrite BaFe₁₂O₁₉ (BHF) nanopartikel dengan struktur molekular heksagonal dikenal sebagai material magnetik permanen yang mempunyai performansi yang sangat baik antara lain karena memiliki sifat anisotropi kristalin magneto yang sangat besar, temperatur *curie* yang tinggi dan sifat magnetik yang relatif besar sama baiknya dengan sifat kimiawinya yaitu tahan korosi dan stabilitas kimia yang sangat baik [1.2]. Partikel BHF diperlukan dalam bentuk *single magnetic domain* [3]. Ketertarikan mempelajari partikel berukuran nano terletak pada kemampuan untuk menghasilkan senyawa fasa tunggal yang dapat mempengaruhi nilai parameter kristal dan pola difraksinya yang pada akhirnya mempunyai efek terhadap sifat-sifat fisiknya khususnya sifat magnetik.

Beberapa studi yang telah dilakukan baru-baru ini menunjukkan bahwa ukuran rata rata fasa material dalam skala nanometer menyebabkan fraksi permukaan yang berinteraksi akan meningkat sejalan dengan bertambah kecilnya ukuran butir. Interaksi yang kuat ini akan menimbulkan adanya efek kopling magnetoelektrik (ME) yang menyebabkan adanya sifat *multiferroic* pada material. Oleh karena itu, preparasi material BHF harus diarahkan kepada sistem nanopartikel sehingga BHF dapat dijadikan sebagai salah satu material dasar penyusun material *multiferroic*. Material *multiferroic* adalah material yang dapat menunjukkan sifat feromagnetik, feroelektrik dan feroelastisitas secara bersamaan dalam sebuah material yang dinyatakan dengan memiliki nilai kopling ME yang cukup besar.

Pembentukan nanopartikel dilakukan melalui proses *sol-gel* yang merupakan metode yang sederhana dan mudah. Dengan metode ini diharapkan akan dihasilkan material nanopartikel BHF fasa tunggal.

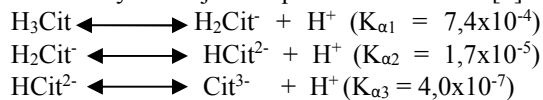
2. Teori Dasar

Metode *sol gel* dalam rekayasa material dikenal sebagai salah satu metode sintesis nanopartikel yang cukup sederhana dan mudah. Metode ini merupakan salah satu *wet method* karena pada prosesnya melibatkan larutan sebagai medianya. Sebagai material dasar dapat digunakan senyawa nitrat, asetat dengan menggunakan *fuel* yang merupakan senyawa organik yang mempunyai fungsi antara lain :

1. Merupakan sumber C dan H yang pada proses pembakaran akan membentuk CO₂ dan H₂O serta menghasilkan panas.
2. Membentuk senyawa kompleks dengan ion-ion logam yang memudahkan

terbentuknya campuran homogen kation dalam larutan.

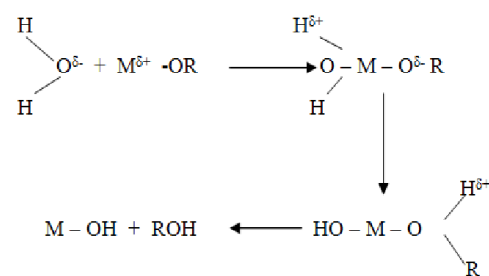
Salah satu contoh *fuel* yang banyak digunakan pada metode *sol-gel* adalah *citric acid* C₆H₈O₇ yang merupakan asam lemah dan reaksi disosiasinya ditunjukkan pada reaksi berikut [4]



Dimana K_{a1}, K_{a2}, K_{a3} adalah konstanta disosiasi yang dipengaruhi oleh pH. Menurut Bahadur (2006) keuntungan menggunakan metode *sol-gel* antara lain : reagen yang diperlukan merupakan senyawa yang sederhana, menghasilkan nanopartikel, tidak diperlukan peralatan khusus, unsur-unsur *dopants* dapat dengan mudah dimasukkan ke dalam produk akhir, sangat sedikit kemungkinan terjadinya aglomerasi partikel, memerlukan temperatur proses yang relatif rendah dan menghasilkan produk dengan kemurnian tinggi, struktur mikro yang homogen dengan distribusi ukuran yang sempit dan bentuk yang seragam.

Prekursor khusus yang digunakan adalah logam alkali yang terhidrolisis alami dari reaksi polikondensasi untuk membentuk jaringan *solid elastic* atau koloid suspensi. Jaringan ini adalah sebuah sistem yang terdiri dari diskrit partikel submikrometer yang menyebar pada sejumlah besar fluida induk. Pembentukan oksida logam harus menghubungkan inti logam dengan oxo (M – O – M) atau jembatan hydroxo (M – OH – M) sehingga menghasilkan polimer logam oxo / logam hydroxo dalam larutan:

1. Hidrolisis metal alkoksida



2. Kondensasi



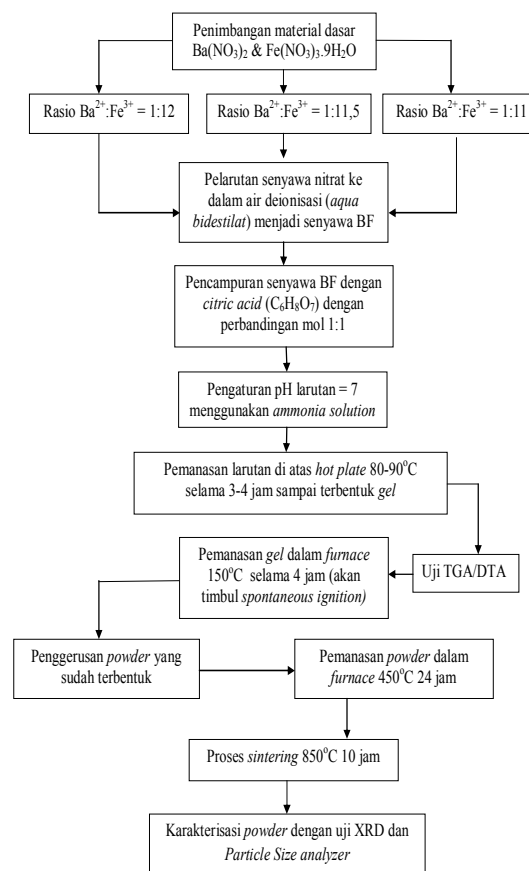
Barium hexaferrite (BHF) dengan struktur molekular heksagonal dikenal sebagai magnet permanen (*hard magnetic*) dengan performansi yang tinggi disebabkan karena memiliki nilai anisotropi *magnetocrystalline* yang besar, temperatur *Curie* yang tinggi, nilai magnetisasi yang relatif besar, sifat stabilitas kimia yang sangat baik dan ketahanan korosi yang tinggi [5,6,7,8]. BHF mempunyai nilai anisotropi *magnetocrystalline* yang cukup besar

sepanjang sumbu c, nilai koersivitas intrinsik sekitar 6700 Oe, nilai magnetisasi saturasi sekitar 72 emu/g dan temperatur Curie 450°C [9]. Sifat magnetik BHF sangat tergantung pada mikrostrukturnya sebagai contoh nilai medan koersivitas (H_c) meningkat dengan bertambahnya dimensi butir tetapi jika dimensi butir meningkat terus maka H_c akan mulai berkurang jika ukuran partikel mencapai range multidomain (460 nm). Media magnetik dengan ukuran partikel yang kecil dibutuhkan untuk recording densitas tinggi.

Barium hexaferrite merupakan magnet keramik yang pemakaiannya cukup luas, mulai dari media penyimpanan data magnetik, magnet permanen, perangkat *microwave*, perisai elektromagnetik, magneto-optic recording media, sensor, perangkat biomolecular dan perangkat telekomunikasi. Dalam bidang militer barium hexaferrite digunakan sebagai Radar Absorbing Material (RAM). Sekarang ini material BHF banyak dipelajari untuk aplikasi material *multiferroic* yaitu sebagai salah satu material dasar penyusun material *multiferroic*.

3. Metodologi

Sintesa material BHF dilakukan dengan menggunakan diagram alir seperti ditunjukkan pada Gambar 1.



Gambar 1. Diagram Alir Sintesa Material BHF

Material Dasar (Prekursor)

Seperti ditunjukkan pada Gambar 1, material dasar (prekursor) untuk proses sintesa adalah senyawa nitrat yang terdiri dari $\text{Ba}(\text{NO}_3)_2$ dan $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$. Sebagai *fuel* digunakan *citric acid* ($\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7$). Seluruh bahan merupakan bahan *pro analysis* produk *Merck* yang mempunyai kemurnian 99,99%. Senyawa nitrat ditimbang sesuai dengan perhitungan stoikiometri sehingga menghasilkan rasio mol $\text{Ba}^{2+}/\text{Fe}^{3+} = 1:12$, $1:11,5$ dan $1:11$. Hasil perhitungan ditunjukkan pada Tabel 1.

Tabel 1. Hasil Perhitungan Berat Bahan Dasar

Ba : Fe	CATION : CITRIC ACID	Ba(NO ₃) ₂	Fe(NO ₃) ₃ ·9H ₂ O	C ₆ H ₈ O ₇
1:12	1:1	2,3513	43,6181	22,4715
	1:2	2,3513	43,6181	44,9430
	1:3	2,3513	43,6181	67,4145
1:11,5	1:1	2,3513	41,8007	21,6072
	1:2	2,3513	41,8007	43,2144
	1:3	2,3513	41,8007	64,8216
1:11	1:1	2,3513	39,9833	20,7429
	1:2	2,3513	39,9833	41,4858
	1:3	2,3513	39,9833	62,2287

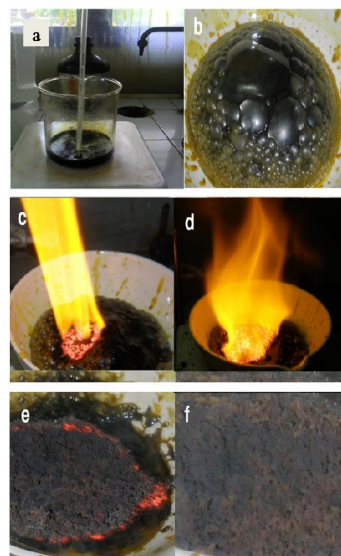
Ammonia solution, NH₄OH digunakan untuk menetralkan larutan sampai pH = 7. Selama proses pemanasan di atas *hot plate* sampai menjadi *gel*, larutan diaduk terus menerus dengan menggunakan *magnetic stirrer*. Pemanasan pada temperatur 150°C bertujuan untuk menguapkan air yang masih tersisa pada *gel*. Penghilangan unsur C dan unsur-unsur lainnya terjadi pada saat pemanasan (kalsinasi) 450°C selama 24 jam. Sedangkan proses pengkristalan serbuk terjadi pada saat sinter yaitu pemanasan pada temperatur 850°C selama 10 jam. Setelah proses sinter diharapkan akan dihasilkan material serbuk nanopartikel BHF.

Karakterisasi Material

Karakterisasi terhadap *gel* BHF hasil proses *sol-gel* dilakukan dengan menggunakan uji *Thermo Gravimetric Analysis* (TGA) / *Differential Thermal Analysis* (DTA) tipe *Research Thermal Balance Series LINSEIS L81-I/L81-STA*. Dari hasil uji TGA/DTA diperoleh grafik yang menunjukkan temperatur terjadinya transisi fasa-fasa. Temperatur-temperatur yang diperoleh ini digunakan untuk acuan temperatur pemanasan serbuk di dalam dapur pemanas (*furnace*). Untuk mengkonfirmasi terbentuknya fasa tunggal dilakukan pengujian dengan menggunakan *X-Ray Diffraction* (XRD) tipe *Phillips PW 1835* dengan sudut difraksi 20°-100° dan menggunakan radiasi CuKα. Ukuran partikel diketahui dengan menggunakan alat ukur *Particle Size Analyzer* (PSA) tipe *Beckman Coulter*. Alat ukur ini bisa mendeteksi ukuran serbuk sampai ukuran nano (<100 nm). Keluaran dari PSA adalah grafik distribusi ukuran partikel dalam satuan nm.

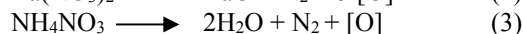
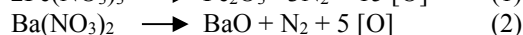
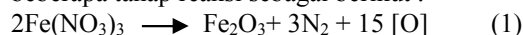
4. Hasil dan Pembahasan

Proses *sol-gel* yang dimulai dari tahap pemanasan di atas *hot plate* sampai dengan proses sinter ditunjukkan pada Gambar 2.



Gambar 2. Hasil Pada Setiap Tahapan Proses Sol-Gel

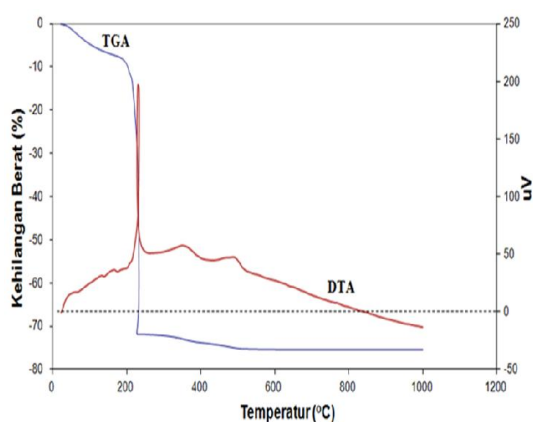
Gambar 2. (a) menggambarkan larutan nitrat yang dipanaskan di atas *hot plate* sampai kadar air minimal dan terbentuk gel seperti ditunjukkan pada Gambar 2. (b). Pada saat pemanasan di dalam *furnace* pada temperatur 150°C terjadi *auto combustion* seperti ditunjukkan pada Gambar 2. (c dan d). Gambar 2. (e) menunjukkan hasil yang diperoleh setelah serbuk dipanaskan pada temperatur 450°C dan Gambar 2 (f) menunjukkan serbuk nanopartikel yang terbentuk setelah proses sinter pada temperatur 850°C selama 10 jam. Pada proses *sol-gel* ini terjadi beberapa tahap reaksi sebagai berikut :



Pada tahapan awal proses *sol-gel* yaitu pemanasan pada 80-90°C (Gambar 2.a dan b) terjadi reaksi (1) sampai dengan (3), terbentuk senyawa-senyawa Fe₂O₃, BaO dan gas-gas N₂, [O] dan H₂O. Senyawa NH₄NO₃ terbentuk dari penambahan NH₄OH (untuk pengaturan pH=7) yang bereaksi dengan anion NO₃⁻. Senyawa ini kemudian akan terurai kembali menjadi H₂O, N₂ dan [O]. Pada pemanasan 150°C selama 4 jam akan terjadi penguapan sisa H₂O yang tidak habis menguap pada saat pembentukan *gel*. Pada keadaan ini akan terjadi *auto combustion* pada sampel (Gambar 2.c dan d). Proses pembentukan BaO·6Fe₂O₃ (BaFe₁₂O₁₉) mengikuti reaksi (4) terjadi melalui pengikatan ion-ion Ba²⁺ dan Fe³⁺ oleh rantai-rantai C yang berasal dari C₆H₈O₇ pada temperatur 450°C selama 24 jam (Gambar

2.e). Selama proses pengikatan oleh rantai-rantai C tersebut terjadi reaksi (5) dimana $C_6H_8O_7$ akan teroksidasi dengan [O] yang berasal dari reaksi (1) sampai dengan (3) menghasilkan gas CO_2 dan H_2O yang akan ikut menguap pada saat pemanasan pada $450^\circ C$. Proses sinter pada $850^\circ C$ akan memperkuat ikatan antar butir BHF, terjadi pengkristalan butir-butir BHF dan terbentuk serbuk dengan ukuran nano (Gambar 2.f).

Acuan temperatur pemanasan di dalam *furnace* pada $150^\circ C$ terhadap *gel* BHF, temperatur kalsinasi $400^\circ C$ dan temperatur sinter $850^\circ C$ terhadap serbuk BHF adalah berdasarkan hasil uji TGA/DTA yang hasilnya ditunjukkan pada Gambar 3.

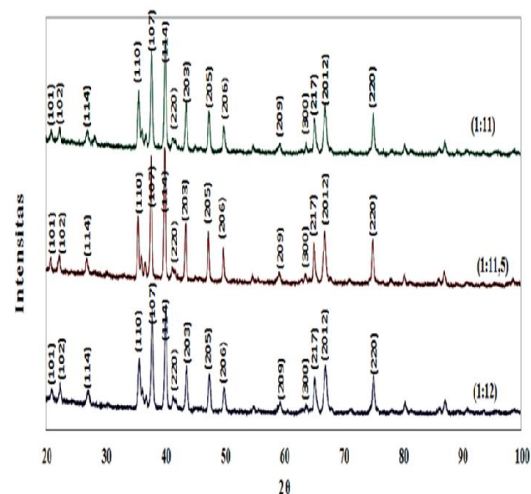


Gambar 3. Hasil Uji TGA/DTA Terhadap *Gel* BHF

Gambar 3 memperlihatkan bahwa hasil pengujian dengan TGA menunjukkan *gel* mengalami pengurangan berat kurang lebih sebesar 60% yang dimulai pada temperatur $150^\circ C$. Kehilangan berat ini disebabkan karena terjadi penguapan air yang berasal dari air bidestilata yang ditambahkan pada saat pembentukan *gel* dan berasal dari proses penguapan NH_4NO_3 (persamaan reaksi 3). Hasil pengujian dengan DTA menunjukkan juga suatu perubahan yaitu terjadi peningkatan energi kurang lebih sebesar $200 \mu V$ pada temperatur yang sama seperti ditunjukkan oleh TGA yaitu $150^\circ C$. Pada temperatur $450^\circ C$ terjadi penurunan energi kurang lebih sebesar $15 \mu V$ yang disebabkan karena adanya penguapan gas-gas CO_2 , N_2 dan [O]. Fenomena ini tidak dapat terdeteksi oleh TGA. Untuk menghilangkan unsur-unsur pengotor lainnya, memperkuat ikatan antar butir BHF dan untuk proses pengkristalan butir-butir serbuk, maka dilakukan proses sinter pada temperatur $850^\circ C$ selama 10 jam.

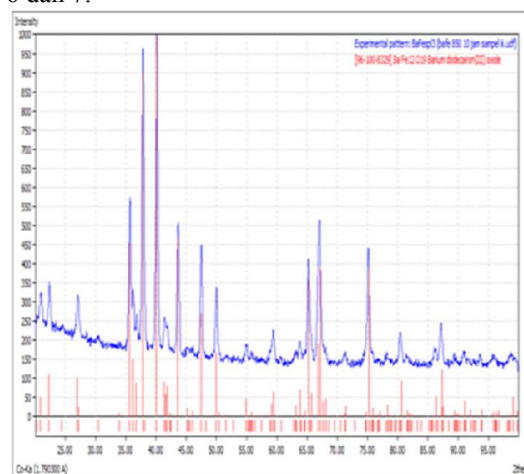
Hasil pengujian dengan XRD menunjukkan bahwa seluruh sampel mempunyai

pola difraksi yang hampir sama seperti ditunjukkan pada Gambar 4.

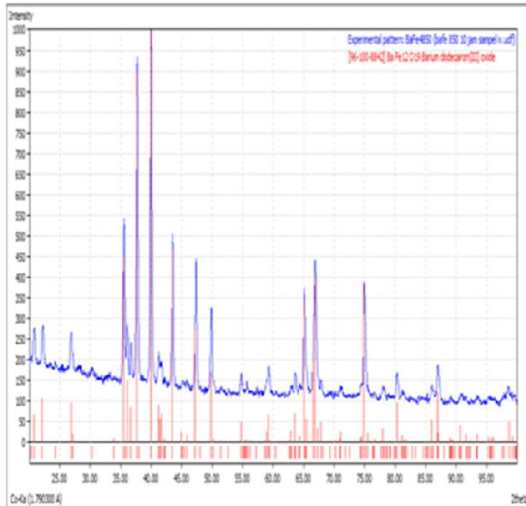


Gambar 4. Pola Difraksi Sinar X Terhadap Serbuk BHF dengan Variasi Rasio Mol Ba^{2+}/Fe^{3+}

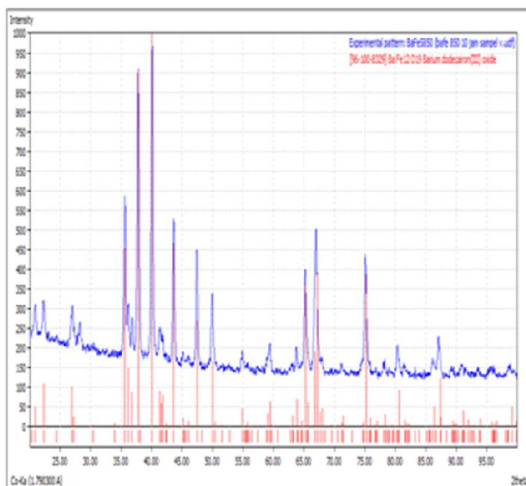
Gambar 4. memperlihatkan adanya puncak-puncak BHF dengan bidang-bidang kristal yang sama untuk sampel dengan rasio mol yang berbeda-beda. Tidak ada puncak-puncak fasa α Fe_2O_3 sebagai fasa *secondary* yang biasanya dapat muncul antara bidang-bidang kristal (107) dan (114). Di antara ketiga sampel BHF, ternyata sampel dengan rasio mol $Ba^{2+}/Fe^{3+} = 1:11,5$ merupakan sampel yang terbaik karena berdasarkan hasil perbandingan dengan pola difraksi standar BHF dengan *database* COD REV 22182 / 2011.07.04 yang ada pada program *Match*, sampel dengan rasio mol tersebut mempunyai pola difraksi yang paling mirip (tepat sama) Seperti ditunjukkan pada Gambar 5, 6 dan 7.



Gambar 5. Pola Difraksi Sinar X Sampel BHF dengan Rasio Mol $Ba^{2+}/Fe^{3+} = 1:12$



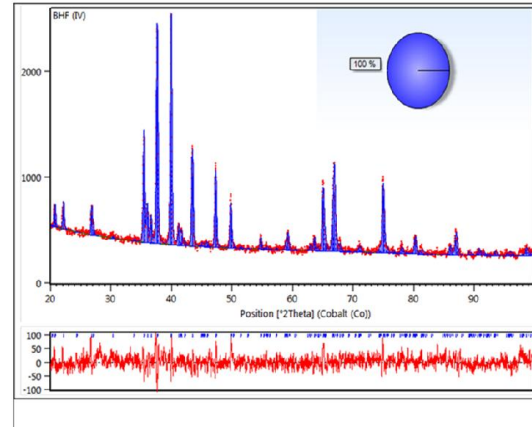
Gambar 6. Pola Difraksi Sinar X Sampel BHF dengan Rasio Mol Ba²⁺/Fe³⁺ = 1:11,5



Gambar 7. Pola Difraksi Sinar X Sampel BHF dengan Rasio Mol Ba²⁺/Fe³⁺ = 1:1

Gambar 5,6 dan 7 menunjukkan bahwa seluruh sampel mempunyai puncak-puncak pola difraksi yang hampir bersesuaian dengan puncak pola difraksi standar BHF berdasarkan *database* COD REV 22182 / 2011.07.04. Sedikit perbedaan terjadi pada nilai intensitas dan posisi puncak-puncak difraksi (nilai 2 θ). Garis-garis pola difraksi sampel dengan rasio mol Ba²⁺/Fe³⁺ = 1:11,5 (garis biru) tepat berhimpit dengan garis-garis pola difraksi BHF standar (garis merah). Hal ini menunjukkan bahwa BHF dengan rasio mol tersebut merupakan serbuk BHF fasa tunggal yang hanya mengandung 100% BHF.

Analisa ini diperkuat dengan hasil *refinement* terhadap sampel dengan rasio mol Ba²⁺/Fe³⁺ = 1:11,5. Proses *refinement* dilakukan dengan menggunakan piranti lunak *HighScore Plus* seperti ditunjukkan pada Gambar 8.



Gambar 8. Hasil *Refinement* BHF Pada Temperatur Sinter 850°C Selama 10 Jam dengan Rasio Mol Ba²⁺/Fe³⁺ = 1:11,5

Dari hasil *refinement* seperti ditunjukkan pada Gambar 8 dapat diperoleh beberapa data kristalografi seperti ditunjukkan pada Tabel 2.

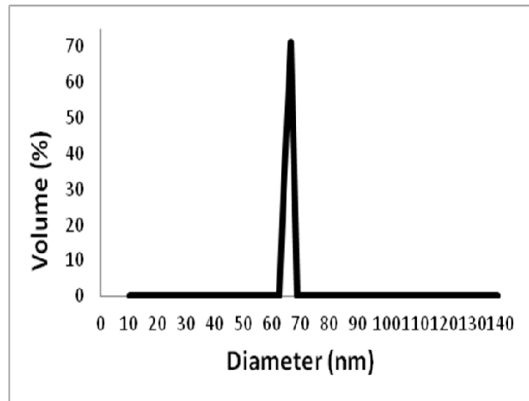
Tabel 2. Data-data Kristalografi BHF dengan Rasio Mol Ba²⁺/Fe³⁺ = 1:11,5

Refinement Parameter		BaFe ₁₂ O ₁₉	
Background		Unit Cell	
Method	Polynomial	a [Å]	5.8847
Use Extended Background Terms	☐	b [Å]	5.8847
Flat Background	312.852	c [Å]	23.1926
Variables		alpha [°]	90
Agreement Indices		beta [°]	90
Condition Number	4.37615E15	gamma [°]	120
R expected	4.97295	Volume [Å ³]	695.6186
R profile	4.51077	Assumed Crystal System	Hexagonal
Weighted R profile	5.69331	Crystal System	Hexagonal
D-statistics	1.49788	Automatic Cell Constraints	☒
Weighted D-statistics	58.89834	Indexing	
Goodness of Fit	1.31063	Preferred Orientation	
General Properties		Direction h	0
Sample Geometry	Flat Plate G...	Direction k	0
Automatic Cell Constraints	☒	Direction l	1
Automatic Anisotropic Displacement...	☒	Parameter (March/Dollase)	0.96667
Specimen Displacement (mm)	0	Phase Profile	
Zero Shift [2θ]	0.06763	Derived Data	
Polarisation Correction Coefficient	1	Micro Strain [%]	0.009
Linear Absorption Coefficient [1/cm]	0	Micro Strain ESD	0
Use Brindley Microabsorption Corre...	☐	Crystallite Size [Å]	439.9
Refinement		Crystallite Size ESD	0
Use summed March/Dollase Function	☐	Density [g/cm ³]	4.68
Profile Function	Pseudo Voigt	F000	919.85
Profile Base Width	4	Chemical Formula	Ba1.79Fe19.82O38.0
Intensity Limit	0	Formula Mass	1961.37
Max. No. of Least-Squares Cycles	20	R Bragg	1.02
Job Type	X-rays	Weight Percentage [%]	100
Max. Angle for Rietveld Asymmetry...	80	Recalculated Weight Perc...	0
		As Received Weight Perc...	0

Gambar 8. dan Tabel 2. memperlihatkan bahwa proses sinter pada 850°C selama 10 jam terhadap sampel BHF dengan rasio mol Ba²⁺/Fe³⁺ = 1:11,5 menunjukkan bahwa sampel hanya terdiri dari 1 fasa (fasa tunggal) BaFe₁₂O₁₉ dengan ukuran kristal 43 nm dan micro strain 0,009%. Hal ini menunjukkan bahwa sampel BHF tersebut dapat digunakan sebagai material *multiferroic* karena merupakan fasa tunggal dengan micro strain yang kecil. Sampel tersebut dapat memiliki efek kopling antara fasa magnetik (BHF fasa tunggal)

dan fasa elektrik (harus merupakan fasa tunggal pula).

Dengan menggunakan alat uji PSA (*Particle Size Analyzer*) tipe *Beckman Coulter*, dilakukan pengukuran besar partikel BHF terhadap sampel dengan rasio mol $\text{Ba}^{2+}/\text{Fe}^{3+} = 1:11,5$ yang hasilnya diperlihatkan pada grafik seperti ditunjukkan pada Gambar 9.



Gambar 9. Distribusi Ukuran Partikel BHF dengan Rasio Mol $\text{Ba}^{2+}/\text{Fe}^{3+} = 1:11,5$

Hasil pengukuran pada Gambar 9. menunjukkan bahwa sebagian besar partikel mempunyai ukuran diameter 65,711 nm (66 nm). Hal ini menunjukkan bahwa partikel serbuk BHF yang berhasil disintesa merupakan serbuk nano partikel (ukuran partikel < 100 nm).

5. Kesimpulan

Dari hasil penelitian ini dapat disampaikan beberapa kesimpulan sebagai berikut :

1. Metode *sol-gel* dengan kondisi proses temperatur sinter 850°C selama 10 jam dan rasio mol $\text{Ba}^{2+}/\text{Fe}^{3+} = 1:11,5$ dapat digunakan untuk proses sintesa barium hexaferrite fasa tunggal dan nanopartikel.
2. Proses sintesa ini adalah off stoikhiometri karena rasio mol $\text{Ba}^{2+}/\text{Fe}^{3+}$ yang optimum adalah 1:11,5 dan bukan 1:12.
3. Material barium hexaferrite fasa tunggal dan nanopartikel ini dapat diaplikasikan untuk material *multiferroic* karena ukuran nano pada serbuk material dasar penyusun material *multiferroic* dapat membangkitkan efek kopling magnetoelektrik.

Ucapan Terima Kasih

Penelitian ini sebagian dibiayai oleh *Research Grant DRPM-UI Cluster Research* No. 3423/H2.R12/PPM(00.01.2010). Ucapan terima

kasih disampaikan pula kepada Bapak Dr. Azwar Manaf dan Dr. Bambang Soegijono yang telah memberikan pengarahan teoritis dan eksperimen kepada penulis.

Daftar Pustaka

- [1] Bahadur D, S. Rajakumar, Ankit K, Influence of Fuel Ratios on Auto Combustion Synthesis of Barium Ferrite Nano Particles, *J.Chem, Sci*,118 (1):15-21, 2006.
- [2] Min HK, Dae SJ., Yun CK, Jeong HC, Nanosized Barium Ferrite Powders Prepared by Spray Pyrolysis From Citric Acid Solution. *Elsevier Science Direct Ceramics International* 35:1933-1937, 2009.
- [3] Lin J, Zeng Y, Guo C, Zhang W, Yang X, One Step Synthesis of Barium Hexaferrite Nano Powders via Microwave assisted Sol – Gel Auto Combustion. *Elsevier Science Direct Ceramics International* 30: 993-997, 2010.
- [4] Guoqing X, Hongliang M, Minjian Z, Jiong Z, Yuezhong Y, Zhengming H, Influence of PH on Characteristics of $\text{BaFe}_{12}\text{O}_{19}$ Powder Prepared by Sol Gel Auto Combustion. *Elsevier Science Direct Journal of Magnetic Materials* 301: 383-388, 2006.
- [5] Hessien MM, Radwan M, Rashad MM, Enhancement of Magnetic Properties for the Barium Hexaferrite Prepared through Ceramic Route, *Journal of Analytical and Applied Pyrolysis* 78:282-287, 2007.
- [6] Ebrahim P, Ali G, Abdolhamid J, Hassan S, Influence of Acid Catalysts on the Structural and Magnetic Properties of Nanocrystalline Barium Ferrite Prepared by Sol-Gel Method, *Journal of Magnetism and Magnetic Materials* 320:1137-1140, 2008.
- [7] Huseyin S, Effect of Pelletization on Magnetic Properties of $\text{BaFe}_{12}\text{O}_{19}$, *Journal of Alloys and Compounds* 486:809-814, 2009.
- [8] Mohsen Q, Factors Affecting the Synthesis and Formation of Single-Phase Barium Hexaferrite by a Technique of Oxalate Precursor, *American Journal of Applied Sciences* 7 (7) :914-921, 2010.

- [9] Radwan M, Rashad MM, Hessien MM, Synthesis and Characterization of Barium Hexaferrite Nanoparticles, *Journal of Materials Processing Technology* 181:106-109, 2007.