

Sintesis Material *Nanomultiferroic* Berbasis Barium Titanate dan Bismuth Ferrite dengan Variasi Temperatur dan Waktu Sintering

Sri Yatmani,^{1,a)} Yuli Nurul Maulida^{2,b)} dan Dwita Suastiyanti^{3,c)}

¹Program Studi Teknik Elektro, Institut Teknologi Indonesia,
Jl. Raya Puspiptek Serpong Tangsel, Indonesia, 15314

²Program Studi Teknik Kimia, Institut Teknologi Indonesia,
Jl. Raya Puspiptek Serpong Tangsel, Indonesia, 15314

³Program Studi Teknik Mesin, Institut Teknologi Indonesia,
Jl. Raya Puspiptek Serpong Tangsel, Indonesia, 15314

^{a)}sri.yatmani@iti.ac.id (corresponding author)

^{b)}yulinurul13@gmail.com

^{c)}dwita.suastiyanti@iti.ac.id

Abstrak

Sintesis material nanomultiferroic dengan kandungan aktif bariumtitanate (BaTiO₃) dan bismuth ferrite (BiFeO₃) dilakukan menggunakan metode sol gel yang merupakan metode yang baik dalam memproduksi material berukuran nano. Material nanomultiferroic yaitu material keramik yang memiliki fungsional khusus (elektrik, optik, magnetik, dll). Sintesis Material nanomultiferroic dilakukan dengan variasi rasio berat (BaTiO₃) dan bismuth ferrite (BiFeO₃) dengan perbandingan 1:1 dan temperatur kalsinasi 350°C selama 4 jam, kemudian dilanjutkan proses sintering dengan variasi temperatur 700°C; 750°C dan 800°C dengan waktu sintering 2 ; 4 dan 6 jam. Hasil sintesis dilakukan pengujian sifat magnet dengan Permagraph, uji sifat listrik menggunakan polarisasi listrik, dan pengujian besar ukuran partikel dilakukan dengan instrumen Beckman Coulter Delsa™ Nano. Hasil uji sifat magnetik diukur dengan nilai tertinggi dari remanen yaitu sebesar 0,456 T, koersivitas 448,2 kA/m, saturasi 0,59 T, dan energi magnetik (Perkalian Remanen dan Koersivitas) 204,38 yang dimiliki oleh campuran dengan proses sintering pada suhu 750 °C selama 6 jam. Pengujian sifat listrik diukur dengan tingginya nilai remanen polarisasi listrik sebesar 50,12 μC/cm², medan listrik koersivitas 62,5 V/cm, saturasi polarisasi listrik 60,21 μC/cm², dan Pr/Ps 0,83. Hasil pengujian ukuran partikel terkecil ditunjukkan sebesar 45 nm dengan proses sintering pada suhu 750 °C selama 6 jam.

Kata-kata kunci: nanomultiferroic, sol gel, material, Barium Titanate, Bismuth Ferrite

PENDAHULUAN

Saat ini perkembangan teknologi informasi terus berlanjut, teknologi yang membawa aplikasi utama pada proses pengolahan data yang berujung pada informasi. Prinsip aplikasi teknologi informasi adalah alat bantu bagi manusia untuk mengolah data menjadi informasi, informasi ini kemudian dimanfaatkan oleh manusia, baik secara langsung maupun tidak langsung untuk menjalankan pekerjaannya. Penerapan teknologi informasi di dalam kehidupan akan selalu berkembang mengikuti kebutuhan manusia yang semakin kompleks dan bervariasi. Komponen dasar pembentuk teknologi adalah teknologi komputer yang memanfaatkan fungsi elektronik dan material magnetik tidak dapat dipisahkan untuk menunjang kebutuhan perangkat. Bahan magnetik atau bahan khusus feromagnetik secara luas digunakan untuk merekam dan

menyimpan barang berhargadata dalam bentuk *hard drives* sedangkan material feroelektrik digunakan sebagai *tunable* kapasitor.

Material barium titanate (BaTiO_3) memiliki sifat *dielectric*, *pyroelectric*, *piezoelectric* dan *electro optic* yang sangat baik. Agar dapat berfungsi sebagai material penyusun material *multiferroic*, BaTiO_3 harus sebagai material nanopartikel fasa tunggal [1]. Perkembangan material keramik berbahan dasar BaTiO_3 bersuhu rendah 900°C tanpa pembentukan fase sekunder akan meningkatkan konstanta dielektrik 994, dan *dielectric loss* 1,6% [2]. Hsing dalam jurnalnya [3] menggabungkan dua atau lebih sifat bahan ke dalam satu perangkat hibrida, yaitu penggabungan feroelektrik dengan sifat feromagnetik menjadi satu bahan yang dikenal sebagai bahan *multiferroic* dimana kedua sifat ini ada dalam satu material. Selain itu BiFeO_3 merupakan bahan yang memiliki aplikasi potensial dalam penyimpanan informasi, sensor dan aktuator. Perovskit ini memiliki struktur kristalografi rhombohedral $R3c$ dan menunjukkan struktur magnetik *cycloidal spin-modulated* dengan periode modulasi ~ 62 nm [4]. J. S. Hwang menyajikan metode drop-casting sederhana untuk menyiapkan film nano-komposit *multiferroic* dimana nanopartikel BiFeO_3 secara merata didispersikan menjadi polimer polivinil alkohol, dan hasilnya menunjukkan fleksibilitas yang tinggi dan dapat dipakai untuk fabrikasi perangkat sebagai bahan *multiferroic* [5].

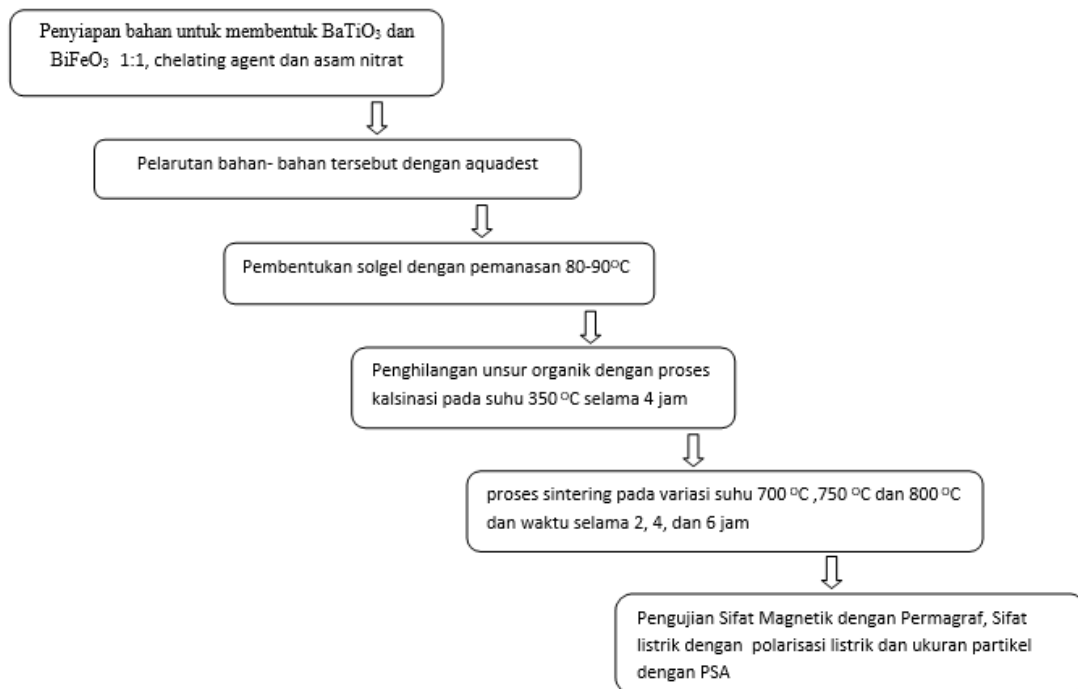
Material *multiferroic* merupakan material yang menarik disebabkan karena adanya efek magnetoelektrik dimana polarisasi listrik dan magnetisasi bisadiinduksi oleh medan magnet dan medan listrik masing-masing. Sifat magnetik dihasilkan oleh interaksi pertukaran antar dipole magnetik yang berasal dari kulit orbital terisi elektron. Sedangkan sifat elektrik terjadi akibat adanya dipol listrik lokal. Ukuran partikel dalam dimensi nano (< 100 nm) pada material serbuk *multiferroic* (untuk selanjutnya disebut *nanomultiferroic*) akan menghasilkan kopling (*coupling*) yang kuat dari fasa feroelektrik dan feromagnetik yang dapat memberikan peluang untuk aplikasi yang potensial di bidang penyimpanan informasi/data. Material *nanomultiferroic* adalah material yang tepat untuk pembuatan divais “*ultimate memory device*” yang merupakan pengembangan dari divais elektronik [6].

Sintesis material *nanomultiferroic* dilakukan menggunakan metode *sol-gel* dengan mencampurkan kandungan aktif bariumtitanate (BaTiO_3) dan bismuth ferrite (BiFeO_3) dalam ukuran nano. Ukuran rata-rata fasa material dalam skala nanometer menyebabkan fraksi permukaan yang berinteraksi akan meningkat dengan bertambah kecilnya ukuran butir. Interaksi yang kuat ini akan menimbulkan adanya efek kopling magnetoelektrik (ME) yang menyebabkan adanya sifat *multiferroic* pada material [7]. Dalam makalah ini dilakukan sintesis material *nanomultiferroic* dengan variasi rasio berat (BaTiO_3) dan bismuth ferrite (BiFeO_3) dengan perbandingan 1:1 dan temperatur kalsinasi 350°C selama 4 jam, kemudian dilanjutkan dengan proses sintering dengan variasi temperatur dan waktu sintering. Keuntungan menggunakan metode *sol-gel* antara lain adalah 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, menghasilkan produk dengan kemurnian tinggi, dan struktur mikro yang homogen dengan distribusi ukuran yang sempit dan bentuk yang seragam [7,8]. Tujuan dari penelitian ini untuk mendapatkan kondisi optimum hasil sintesis material *nanomultiferroic* dengan proses *sol-gel* yang ditunjukkan oleh sifat listrik dan sifat magnet yang mempunyai harga terbesar serta ukuran partikel yang kecil (skala nano, < 100 nm).

Karakterisasi terhadap material sampel dilakukan dengan menggunakan uji permagraf untuk mengetahui sifat magnetik. Pengujian sifat listrik dilakukan dengan menggunakan alat polarisasi listrik. 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).

METODOLOGI

Sintesis material *nanomultiferroic* dengan rasio berat BaTiO_3 dan BiFeO_3 1:1 dilakukan dengan menggunakan diagram alir seperti ditunjukkan pada gambar 1.



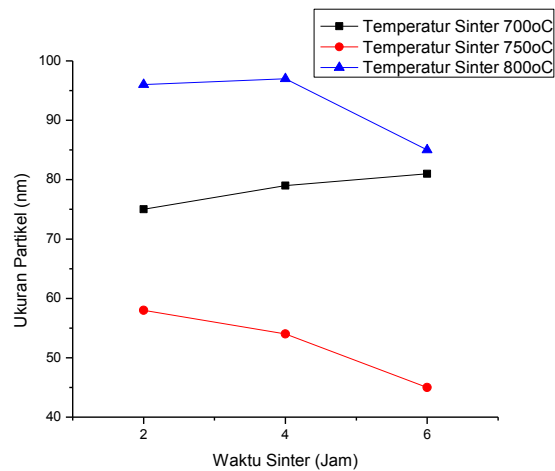
Gambar 1. Bagan cara pembuatan material *nanomultiferroic* dengan rasio berat BaTiO₃ dan BiFeO₃ 1:1

Penelitian ini dimulai dari preparasi bahan, alat, dan dilaksanakan di laboratorium Kimia Dasar Institut Teknologi Indonesia, serta uji sifat magnetik, polarisasi dan uji ukuran partikel dilakukan di laboratorium Universitas Indonesia. Bahan baku utama yang digunakan adalah besi nitrat nonahidrat (Fe(NO₃)₃·9H₂O) dan bismuth nitrat (Bi₅O(OH)₉(NO₃)₄) untuk membentuk bismuth Ferrite (BiFeO₃), barium nitrat (Ba(NO₃)₂) dan titanium oksida (TiO₂) untuk membentuk barium titanat (BaTiO₃), asam nitrat (HNO₃), chelating agent berupa asam sitrat (C₆H₈O₇), dan aquadest. Metode sintesis ini menggunakan metode kimia basah dengan cara menimbang bahan baku dengan perhitungan berdasarkan variasi perbandingan berat BaTiO₃ dan BiFeO₃ sebesar 1:1, kemudian melarutkan bahan baku, chelating agent, dan asam nitrat dengan pelarut aqua bidestilata hingga volume 300 ml sambil dipanaskan di atas *hot plate* dan diaduk dengan magnetik *stirrer* hingga terbentuk gel berwarna coklat muda. Pengadukan secara kontinyu sampai terbentuk gel dilakukan untuk mencegah terjadinya aglomerasi. Setelah gel terbentuk dikalsinasi dengan suhu 350 °C untuk menguapkan unsur H, C, dan N di dalam *furnace*. Proses sintering dalam *furnace* dilakukan setelah kalsinasi selesai pada variasi suhu 700 °C, 750 °C, dan 800 °C dan dengan variasi waktu selama 2, 4, dan 6 jam. Setelah semua material selesai disintesis dan berupa serbuk, dilakukan karakterisasi dengan uji sifat magnetik (uji permagraf), polarisasi listrik dan besar ukuran partikel (*Particle Size Analyzer*) dengan instrumen *Beckman Coulter DelsaTM Nano*.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Hasil Uji Pengukuran Partikel

Pengujian ukuran partikel dilakukan dengan menggunakan metode PSA dengan instrumen *Beckman Coulter DelsaTM Nano*. Pengukuran partikel dengan menggunakan PSA untuk sampel-sampel dalam orde nanometer dan submicron yang biasanya memiliki kecenderungan aglomerasi yang tinggi. Hal ini dikarenakan partikel didispersikan ke dalam media (ethyl alcohol) sehingga partikel tidak saling beraglomerasi (menggumpal). Dengan demikian ukuran partikel yang terukur adalah ukuran dari single particle. Selain itu hasil pengukuran dalam bentuk distribusi, sehingga hasil pengukuran dapat diasumsikan sudah menggambarkan keseluruhan kondisi sampel [9]. Dari hasil pengukuran besar partikel diperoleh hasil seperti diperlihatkan pada Gambar 2.

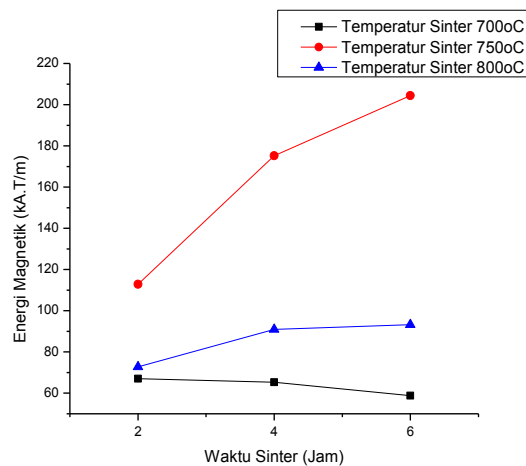


Gambar 2. Grafik hubungan Temperatur dan Waktu Sinter terhadap Ukuran Partikel (nm)

Hasil pengukuran pada Gambar 2 menunjukkan bahwa semua sampel yang disintesis merupakan serbuk nanopartikel (ukuran partikel < 100 nm). Sampel dengan ukuran partikel terkecil dimiliki oleh variasi suhu sintering 750°C dan waktu selama 6 jam sebesar 45 nm.

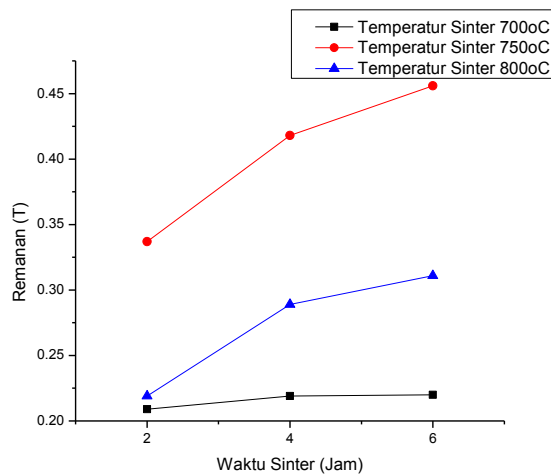
Hasil Uji Sifat Magnetik

Hasil pengukuran nilai sifat magnetis dengan alat permagraf menunjukkan output beberapa parameter yaitu nilai remanen, koersivitas dan saturasi medan magnet. Kemampuan serbuk menyerap energi medan magnet ditentukan dengan besaran energi magnetik yang merupakan hasil perkalian dari nilai remanen dan koersivitas medan magnet seperti ditunjukkan pada Gambar 3. Gambar 3 menunjukkan bahwa nilai energi magnetik paling tinggi dimiliki sampel dengan temperatur sinter pada 750°C dan waktu selama 6 jam dengan nilai sebesar 204.38 kA.T/m.

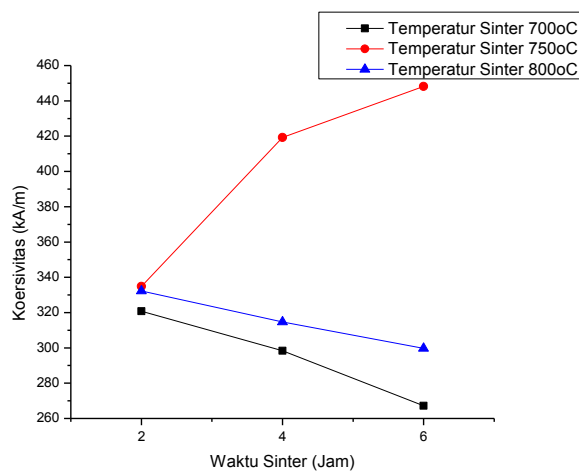


Gambar 3. Grafik Pengaruh Temperatur dan Waktu Sinter terhadap Energi Magnetik

Nilai dari remanen serbuk ditunjukkan pada Gambar 4. Remanensi adalah sisa medan magnet dalam proses magnetisasi pada saat medan magnet dihilangkan, atau remanensi terjadi pada saat intensitas medan magnet berharga nol dan sisamedan magnet menunjukkan harga tertentu. Gambar 4 menunjukkan bahwa serbuk yang mengalami sinter pada temperatur 750°C selama 6 jam mempunyai nilai remanen paling besar yaitu 0.456 T.



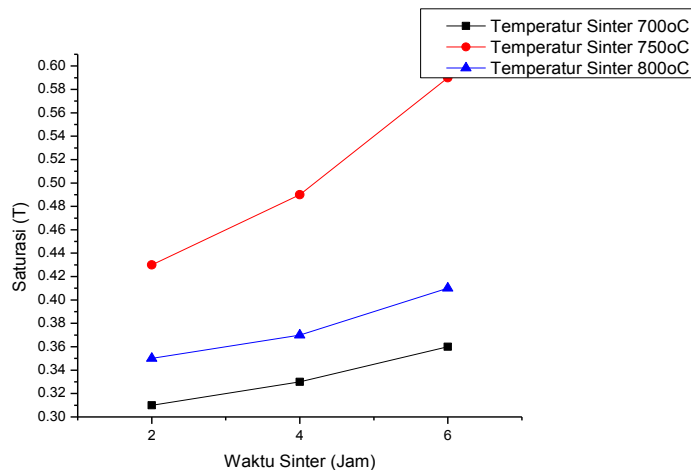
Gambar 4. Grafik Pengaruh Temperatur dan Waktu Sinter terhadap Nilai Remanen Medan Magnet



Gambar 5. Grafik Pengaruh Temperatur dan Waktu Sinter Terhadap Nilai Koersivitas Medan Magnet

Nilai koersivitas medan magnet ditunjukkan pada Gambar 5. Koersivitas digunakan untuk membedakan hard magnet dan soft magnet. Semakin besar gaya koersivitasnya maka semakin keras sifat magnetnya. Untuk hard magnetik material adalah material yang mempunyai nilai koersivitas di atas 10 kA/m sedangkan untuk soft magnetik material adalah material yang mempunyai nilai koersivitas di bawah 10 kA/m [10]. Dari hasil pengujian sifat koersivitas semua sampel, terlihat dari Gambar 5 bahwa semua sampel diklasifikasikan sebagai hard magnetik. Pada variasi proses sintering dengan suhu 750°C dan waktu selama 6 jam mempunyai nilai koersivitas paling tinggi yaitu 448.2 kA/m. Bahan dengan koersivitas tinggi berarti tidak mudah hilang kemagnetannya. Koersivitas menunjukkan kestabilan keadaan remanen, koersivitas dari suatu bahan sangat bergantung pada ukuran butirnya. Ketika ukuran butir turun, maka koersivitas akan naik mencapai maksimum dan kemudian akan turun.

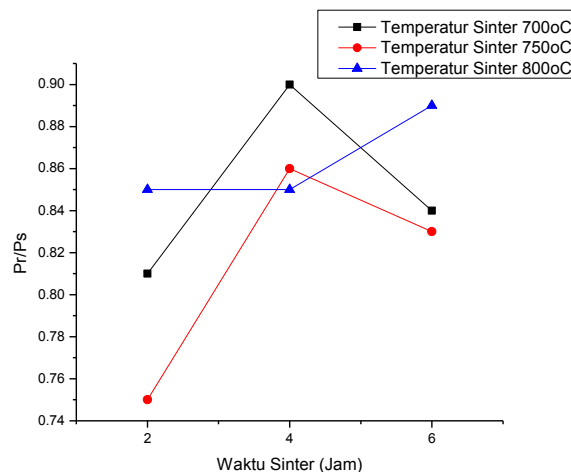
Nilai saturasi medan magnet dari hasil pengujian ditunjukkan pada Gambar 6. Gambar 6 menunjukkan bahwa sampel dengan variasi suhu sintering 750°C dan waktu sinter 6 jam memiliki nilai parameter magnetisasi saturasi paling besar yaitu 0.59 T. Sifat magnet ini berasal dari kandungan fasa BiFeO₃ yang terdapat pada sampel. Hasil ini menunjukkan teori yang tepat karena semakin banyak partikel magnetik maka magnetisasi saturasinya semakin besar. Nilai magnetisasi saturasi yang besar juga dipengaruhi oleh ukuran partikel. Semakin kecil ukurannya maka nilai magnetisasi saturasi semakin besar karena jika ukuran semakin kecil maka domain magnetik yang terdapat pada butir tersebut mendekati domain tunggal [11].



Gambar 6. Grafik Pengaruh Temperatur dan Waktu Sinter Terhadap Saturasi Medan Magnet

Hasil Uji Sifat Listrik

Dari hasil pengujian sifat listrik diperoleh nilai rasio remanen dengan saturasi polarisasi listrik (Pr/Ps) seperti ditunjukkan pada Gambar 7. Nilai Pr/Ps diatas menunjukkan bahwa nilai Pr/Ps paling tinggi dimiliki sampel dengan temperatur sinter pada 700°C dan waktu selama 4 jam dengan nilai perbandingan sebesar 0.90.

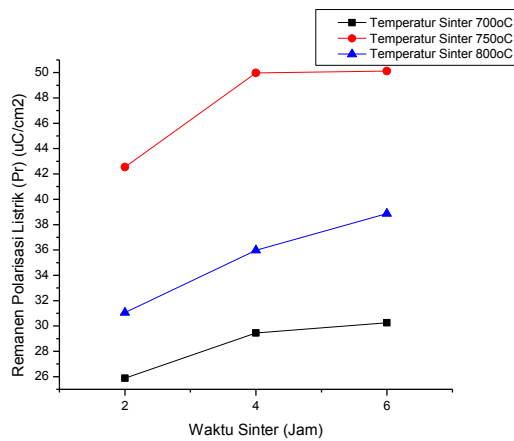


Gambar 7. Grafik Hubungan Temperatur dan Waktu Sintering terhadap Pr/Ps

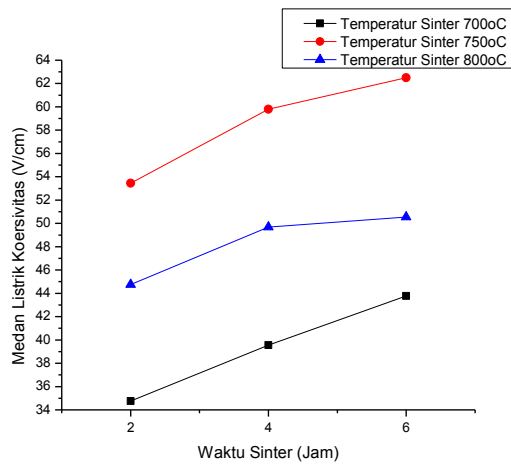
Nilai remanen polarisasi listrik serbuk dari hasil pengujian ditunjukkan pada Gambar 8. Gambar 8 menunjukkan bahwa remanen polarisasi listrik (Pr) paling tinggi dimiliki sampel dengan temperatur sinter 750°C dan waktu sinter selama 6 jam sebesar 49.98 $\mu\text{C}/\text{cm}^2$. Polarisasi remanen (Pr) material dimiliki pada saat medan listrik mengalami reduksi menjadi nol [12].

Nilai koersivitas polarisasi listrik serbuk dari hasil pengujian ditunjukkan pada Gambar 9. Koersivitas polarisasi listrik adalah medan listrik yang digunakan untuk mengembalikan posisi polarisasi ke posisi nol [12]. Polarisasi terjadi ketika suatu material dielektrik dipengaruhi oleh medan listrik luar. Gambar 9 menunjukkan bahwa nilai koersivitas paling tinggi dimiliki sampel dengan temperatur sinter pada 750°C dan waktu selama 6 jam dengan nilai sebesar 62.5 V/cm.

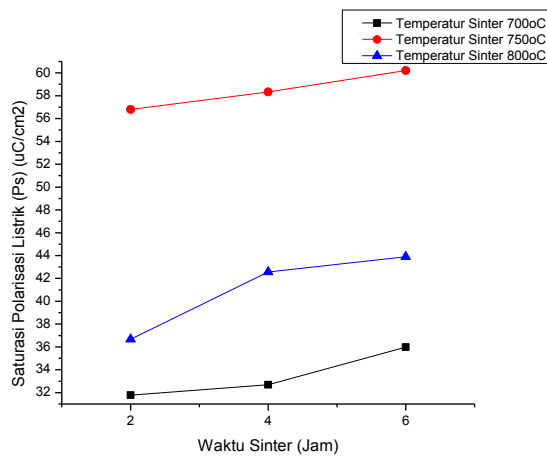
Nilai saturasi polarisasi listrik serbuk dari hasil pengujian ditunjukkan pada Gambar 10. Gambar 10 menunjukkan bahwa saturasi polarisasi listrik (Ps) paling tinggi dimiliki sampel dengan temperatur sinter 750°C dan waktu sinter selama 6 jam sebesar 60.21 $\mu\text{C}/\text{cm}^2$. Saturasi adalah keadaan dimana Polarisasi akan naik secara perlahan hinggapada akhirnya tetap atau tidak berubah lagi [12].



Gambar 8. Hubungan Temperatur dan Waktu Sintering dengan Remanen Polarisasi Listrik (Pr)



Gambar 9. Hubungan Temperatur dan Waktu Sintering dengan Medan Listrik Koersivitas



Gambar 10. Grafik Hubungan Temperatur dan Waktu Sintering terhadap Saturasi Polarisasi Listrik (Ps)

KESIMPULAN

Metode *sol-gel* pada proses sintesis material keramik *multiferroic* berbasis BaTiO₃ dan BiFeO₃ menghasilkan serbuk nanopartikel karena semua kondisi proses menghasilkan serbuk dengan ukuran partikel < 100 nm. Kondisi proses yang menghasilkan sifat magnet dan listrik yang paling besar adalah proses sinter pada temperatur 750°C selama 6 jam. Ada korelasi antara ukuran partikel dengan sifat fisik serbuk karena nilai magnetik (remanen, koersivitas dan saturasi medan magnet) dan nilai listrik (remanen, koersivitas dan saturasi polarisasi listrik) serbuk meningkat dengan makin kecilnya ukuran partikel serbuk.

UCAPAN TERIMA KASIH

Penelitian ini dibiayai melalui Hibah Penelitian Berbasis Kompetensi Kementerian Ristekdikti Tahun Anggaran 2018 dengan nomor kontrak 044/KM/PNT/2018, March 6th, 2018, Kementerian Ristekdikti dan nomor kontrak of 32/KP/LPKT-ITI/III/2018, March 29th, 2018, Institut Teknologi Indonesia.

REFERENSI

1. D. Suastiyanti, B. Soegijono, M. Hikam, Simple Recipe to synthesize BaTiO₃-BaFe₁₂O₁₉. Nanocomposite Bulk System with High Magnetization, Applied Mechanics and Materials, vol. 493, pp, 634-639 (2014)
2. Hsing-I Hsiang, Fu Su Yen, Low Temperature Sintering and Dielectric Properties of BaTiO₃ with glass addition, Jurnal Materials Chemistry and Physics volume 113 issues 2-3 (2009).
3. Wiegelmann, H., Jansen, A.G.M., Rivera, J.P., Schmid, H., Stepanov, A.A., dan Vitebsky, I.M., Magnetoelectric studies of antiferromagnetic Crystals in Strong Magnetic Fields, Physical B 204 (1995).
4. J. Silva, A. Reyes, H. Esparza, H. Camacho, L. Fuentes, BiFeO₃: A Review On Synthesis, Doping And Crystal Structure, Integrated Ferroelectrics an International Journal, vol.126 (2011)
5. J.S.Hwang, J.Y.Cho, S.Y.Park, Y.J.Yoo, B.W.Lee and Y.P.Lee, Multiferroic properties of Stretchable BiFeO₃ nano-Composite Film, Applied Physics Letters (2015)
6. D. Suastiyanti, Ismojo, Inovasi Proses dan Rekayasa Material Maju nanomultiferroic berbasis ferrite untuk mendukung pengembangan divais elektronik, Penelitian Fundamental, Serpong (2017)
7. D. Suastiyanti, M. Hardiyanto, M. Wijaya, Karakteristik Elektrik Nanopartikel BaTiO₃ untuk Aplikasi Material Multiferroic, Prosiding Seminar Nasional Sains dan Pendidikan Sains IX, Vol.5, No. 1 (2014)
8. D. Bahadur, S. Rajakumar, A. Kumar, Influence of Fuel Ratios on Auto Combustion Synthesis of Barium Ferrite Nano Particles, J.Chem, Sci, vol 118 no. 1, pp, 15-21 (2006)
9. A. Rawle, Basic principles of Particle Size Analysis – Technical Paper of Malvern Instruments. Worcessteshire. Unitet Kingom. P. 1012-1017 (2010)
10. Hasan, Studi Sifat Magnetik Alloy Fe_{97-x}Si₃Al_x (x=4.5 dan 6% at), Program Studi Magister Ilmu Fisika, Depok (2008).
11. D.Y. Retnowati, N. Fitriyah, M. Ghufro, M.A. Baqiya, Darminto, Sifat Magnet Multiferroik BiFeO₃ Berbahan Dasar Pasir Besi dan FeCl₃.6H₂O Komersial Hasil Sintesis dengan Metode Kopresipitasi dan Pencampuran Basah, Jurnal Fisika dan Aplikasinya, Vol. 9, No. 1 (2013)
12. C. Sunandar, Penumbuhan Film Ba_xSr_{1-x}TiO₃ dan Observasi Sifat Ferroelektriknya. Skripsi, Program Studi Fisika FMIPA IPB, Bogor (2006).